



**SKRIPSI**

**SINTESIS LIGAN DAN KOMPLEKS Ni(II)  
DENGAN LIGAN 2-METIL-4,5-DIFENIL-1*H*-  
IMIDAZOL**

**AHMAD RIZQI ALIMA FABRI  
NRP 1411100123**

**Dosen Pembimbing I  
Dr. Fahimah Martak, M.Si**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2016**



**SCRIPT**

**SYNTHESIS LIGAND AND NICKEL(II)  
COMPLEXES WITH 2-METHYL-4,5-  
DIPHENYL-1*H*-IMIDAZOLE LIGAND**

**AHMAD RIZQI ALIMA FABRI  
NRP 1411100123**

**Supervisor I  
Dr. Fahimah Martak, M.Si**

**DEPARTMENT OF CHEMISTRY  
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2016**

# **SINTESIS DAN KOMPLEKS Ni(II) DENGAN LIGAN 2-METIL-4,5-DIFENIL-1*H*- IMIDAZOL**

## **SKRIPSI**

Disusun Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh  
Gelar Sarjana Program Studi S-1  
Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya

Disusun Oleh:

**AHMAD RIZQI ALIMA FABRI**  
**NRP 1411100123**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUA ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2016**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**SINTESIS DAN KOMPLEKS Ni(II) DENGAN  
LIGAN 2-METIL-4,5-DIFENIL-1H-  
IMIDAZOL**

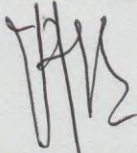
**SKRIPSI**

Disusun Oleh

**AHMAD RIZQI ALIMA FABRI**  
**NRP 1411 100 123**

Surabaya, 2 Agustus 2016

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing I



**Dr. Fahimah Martak, M.Si**  
**NIP. 19660703 199102 2 001**

Mengetahui :

Ketua Jurusan Kimia,



**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si, M.Si.**  
**NIP. 19710616 199703 1 002**

## **Sintesis Ligan dan Kompleks Ni(II) dengan Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol**

Nama : Ahmad Rizqi Alima Fabri  
NRP : 1411 100 123  
Jurusan : Kimia FMIPA-ITS  
Pembimbing : Dr. Fahimah Martak, M.Si

### **ABSTRAK**

Penelitian sintesis ligan dan kompleks Ni(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol bertujuan untuk mengetahui cara sintesis dan karakterisasi kompleks yang terbentuk. Ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol telah disintesis dengan prekursor benzil, ammonium asetat dan asam asetat glasial. Kompleks Ni(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol disintesis dengan perbandingan mol logam dan mol ligan 1:3. Formula kompleks diperkirakan dari analisis kadar Ni dalam kompleks dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) adalah  $[\text{Ni(II)(2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol)}_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Analisis dengan metode termogravimetri menunjukkan ada setengah  $\text{H}_2\text{O}$  dalam tiap mol kompleks, dengan demikian formula kompleks yang mungkin adalah  $[\text{Ni(II)(2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol)}_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Data sepektar FT-IR pada kompleks menunjukkan adanya pergeseran serapan pada gugus O-H, N-H dan Ni-N yang menandakan gugus fungsi tersebut terkoordinasi pada ion pusat  $\text{Ni}^{2+}$ . Spektra UV-Vis kompleks menghasilkan puncak serapan pada panjang gelombang 324 nm. Hasil Uji toksisitas  $\text{LC}_{50}$  sebesar 295,12 ppm menunjukkan bahwa senyawa kompleks tersebut bersifat tidak toksik.

**Kata Kunci : Imidazol, Kompleks Nikel(II), Sintesis, Karakterisasi**

## **Synthesis of Ligand and Complex Nickel(II) with Ligand 2-Methyl-4,5-Diphenyl-1*H*-Imidazole**

Name : Ahmad Rizqi Alima Fabri  
Student ID : 1411 100 123  
Department : Kimia FMIPA-ITS  
Supervisor : Dr. Fahimah Martak, M.Si.

### **ABSTRACT**

The aim of the research is to synthesis and characterize of ligand and complex of Ni(II) with 2-methyl-4,5-diphenyl-1*H*-imidazole as ligand. 2-methyl-4,5-diphenyl-1*H*-imidazole ligand was synthesized using benzile, ammonium acetate and glacial acid. Complex of nickel(II) with 2-methyl-4,5-diphenyl-1*H*-imidazole have been synthesized 3:1 mole ratio of metal to ligand. The ligand complex formula which is predicted from the result of % nickel in complex using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) and the result of complex formula is  $[\text{Ni}(\text{II})(2\text{-methyl-4,5-diphenyl-1}H\text{-imidazole})_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . The thermogravimetry indicated that the complex compound has the possible complex is  $[\text{Ni}(\text{II})(2\text{-methyl-4,5-diphenyl-1}H\text{-imidazole})_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . The data of the spectroscopy complex compound showed that there is a shift from O-H, N-H and Ni-H functional groups and it became evidence that these functional group formed a coordination bond with  $\text{Ni}^{2+}$ . The UV-Vis spectroscopy data showed that there is a transition peak in 324 nm. The  $\text{LC}_{50}$  of the complex compound is 295,12 ppm indicated that has not toxicity effect in each mole of complex compound.

**Keyword : Imidazole, Complex Nickel(II), Synthesis, Characterization**

## DAFTAR ISI

Halaman Judul .....	i
Title Page .....	ii
Lembar Pengesahan .....	iv
Abstrak .....	v
Abstract .....	vi
Kata Pengantar .....	viii
Daftar Isi .....	ix
Daftar Gambar .....	xii
Daftar Tabel .....	xiv

<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>5</b>
2.1 Senyawa Kompleks.....	5
2.2 Imidazol.....	6
2.3 Ligan Turunan 2-Metilimidazol.....	8
2.4 Karakterisasi Ligand an Kompleks.....	9
2.5 Kompleks Nikel(II) dengan Turunannya.....	9
2.6 Karakterisasi Ligan dan Kompleks.....	10
2.6.1 Spektroskopi Inframerah FT-IR.....	10
2.6.2 Spektrofotometer UV-Vis.....	11
2.6.3 <i>Atomic Absorption Spectroscopy</i> (AAS).....	12
2.6.4 <i>Thermogravimetry Analysis</i> (TGA).....	13
2.6.5 Spektrometer NMR.....	14
2.6.6 Uji Toksisitas <i>Brine Shrimp Lethality</i> (BSLT).....	16
<b>BAB III METODE PENELITIAN.....</b>	<b>17</b>
3.1 Alat dan Bahan.....	17

3.1.1 Alat.....	17
3.1.2 Bahan.....	17
3.2 Prosedur Penelitian.....	17
3.2.1 Sintesis Ligan 2-metil-4,5-difenil- <i>1H</i> -Imidazole.....	17
3.2.2 Analisis FT-IR ligan 2-metil-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol.....	18
3.2.3 Analisis <sup>1</sup> H-NMR ligan 2-metil-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol.....	18
3.2.4 Analisis <sup>13</sup> C-NMR ligan 2-metil-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol.....	18
3.3 Sintesis Senyawa Kompleks Ni(II)- dengan 2-metil-4,5-difenil- <i>1H</i> imidazol.....	18
3.4 Analisis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks.....	19
3.4.1 Karakterisasi dengan Spektroskopi FT-IR .....	19
3.4.2 Karakterisasi dengan Spektroskopi UV-Vis.....	19
3.4.3 Analisis <i>Atomic Absorption Spectroscopy</i> (AAS).....	19
3.4.4 Analisis Unsur C, H dan N dalam Senyawa Kompleks.....	19
3.4.5 Analisis TGA.....	20
3.5 Uji Toksisitas <i>Brine Shrimp Lethality Test</i> (BSLT).....	20
3.5.1 Penentuan Telur Benur Udang <i>Artemia Salina</i> .....	20
3.5.2 Persiapan Larutan Kompleks.....	20
3.5.3 Uji Toksisitas.....	20
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>25</b>
4.1 Sintesis dan Karakterisasi Ligan 2-metil-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol.....	25
4.2 Sintesis Kompleks Nikel(II) dengan Ligan 2-	



metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol.....	34
4.3 Analisis dan Karakterisasi Kompleks.....	35
4.3.1 Panjang Gelombang Kompleks Nikel(II) dengan ligan 2-metil- 4,5difenil-1 <i>H</i> -imidazol.....	35
4.3.2 Karakterisasi FT-IR Kompleks Nikel(II)	36
4.3.3 Penentuan Unsur C, H dan N dalam Kompels Nikel(II).....	38
4.3.4 Analisis Kadar Ion Nikel(II) dalam Kompleks dengan AAS.....	38
4.3.5 Analisis TGA.....	40
4.3.6 Prediksi Struktur Kompleks.....	42
4.3.7 Analisis Toksisitas BSLT	44
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	45
5.1 Kesimpulan.....	45
5.2 Saran.....	45
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	47
<b>LAMPIRAN.....</b>	53

## DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Hasil perbandingan data FT-IR eksperimen dan teoritis.....	29
Tabel 4.2 Hasil perbandingan data $^1\text{H}$ -NMR eksperimen dan teoritis.....	31
Tabel 4.3 Hasil perbandingan $^{13}\text{C}$ -NMR eksperimen dan teoritis.....	32
Tabel 4.4 Data karbon $^{13}\text{C}$ -NMR hasil sintesis.....	34
Tabel 4.5 Data analisis unsur C, H dan N dalam kompleks Ni(II).....	39
Tabel 4.6 Data AAS logam Ni(II) dalam kompleks Secara teoritis	40

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur imidazol.....	6
Gambar 2.2 Resonansi imidazol.....	7
Gambar 2.3 Stuktur 2-metilimidazol.....	8
Gambar 2.4 Spektrum FT-IR Senyawa Imidazol.....	10
Gambar 2.5 Spektra UV-Vis kompleks Co(II), Ni(II) dan Cu(II) dengan Ligan Piridimidazol.....	12
Gambar 2.6 Grafik TGA Kompleks [Cu(pic)2(im)2]·2H2O.....	14
Gambar 2.7 Spektrum <sup>13</sup> C-NMR senyawa Dimetilimidazol.....	15
Gambar 4.1 Hasil Monitoring Uji KLT.....	23
Gambar 4.2 Hasil Sintesis Ligan 2-metil-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol.....	24
Gambar 4.3 Hasil uji tiga eluen ligan 2-metil-4,5- difenil- <i>1H</i> -imidazol.....	25
Gambar 4.4 Hasil KLT 2D ligan hasil sintesis 2- metil-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol.....	26
Gambar 4.5 Mekanisme reaksi sintesis 2-metil-4,5- difenil- <i>1H</i> -imidazol.....	27
Gambar 4.6 Spektrum FT-IR ligan sintesis 2-metil- 4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol.....	28
Gambar 4.7 Spektrum <sup>1</sup> H-NMR ligan sintesis 2- metil-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol.....	30
Gambar 4.8 Letak Posisi H pada ligan sintesis 2- metil-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol.....	31
Gambar 4.9 Posisi dan jenis karbon ligan 2-metil- 4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol.....	32
Gambar 4.10 Spektrum <sup>13</sup> C-NMR ligan sintesis 2- metil-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol.....	33

Gambar 4.11 Kompleks sintesis Ni(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol.....	35
Gambar 4.12 Spektra UV-Vis senyawa kompleks Ni(II) dan ligan 2-metil-4,5difenil-1 <i>H</i> - imidazol.....	36
Gambar 4.13 Spektra FT-IR kompleks Ni(II) dengan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol.....	37
Gambar 4.14 Kurva kalibrasi larutan standar kompleks nikel(II) dengan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> - imidazol.....	39
Gambar 4.15 Grafik TGA pada kompleks ni(II)	41
Gambar 4.16 Struktur senyawa kompleks ni(II)	42
Gambar 4.17 Hibridisasi molekul senyawa kompleks Ni(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil- 1 <i>H</i> -imidazol.....	43
Gambar 4.18 Kurva BSLT antara log konsentrasi dengan % mortalitas.....	44

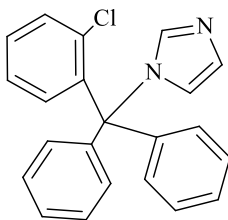
# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Imidazol merupakan senyawa beranggotakan dua atom nitrogen berbentuk cincin heterosiklik amina. Imidazol banyak digunakan dalam banyak bidang, salah satunya bidang farmakologi (Shalini dkk., 2010). Banyak penelitian yang menunjukkan penggunaan senyawa imidazol terhadap aktifitas bilogi dan pengobatan (Narasimhan dkk., 2011). Karena peran besar imidazol dalam aspek pengobatan, menjadikan senyawa imidazol dan turunannya telah banyak disintesis dengan beragam struktur yang berfariasi (Gupta dan Gupta, 2015).

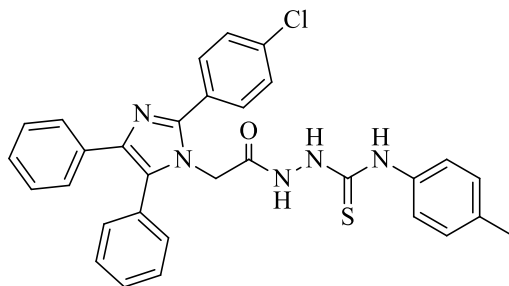
Turunan imidazol banyak digunakan dalam menentukan nilai aktifitas terhadap antikanker, antijamur dan antibakteri. Salah satu contoh senyawa imidazol yaitu azole (klotrimazol) yang memiliki aktifitas terhadap antijamur dan antikanker (Khalid dkk., 2005). Klotrimazol (**1**) memiliki aktifitas biologis yang menarik dan menjanjikan untuk dilakukan penelitian lebih lanjut. Senyawa tersebut memiliki sifat sitotoksisitas terhadap sel kanker MCF-7, HeLa dan B16-F10. Penelitian lebih lanjut menunjukkan sitotoksisitas klotrimazol yang berperan sebagai ligan dalam senyawa kompleks dengan berbagai jenis logam (Kodavakollu dkk., 2014).



(**1**)

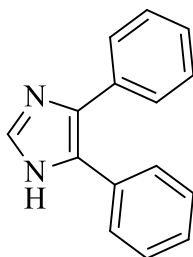
Senyawa 2-tersubstitusi-4,5-difenil-1*H*-imidazol merupakan salah satu turunan yang digunakan sebagai antibakteri. Substituen senyawa tersebut adalah 4-klorofenil, 4-metoksifenil dan 4-metilfenil. Selanjutnya senyawa diuji dengan *E. coli*, *B. subtilis* dan *S. aureus* untuk mengetahui tingkat aktifitasnya terhadap senyawa uji. Senyawa

Ni-(2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-imidazol-1-yl-etanol)-4-metil-fenil (2) menunjukkan aktifitas penghambatan antibakteri sebesar 67 %, nilai ini lebih besar dibandingkan dengan substituen 4-klorofenil 62,5 % (Ahsan dkk., 2014).



(2)

Nikel merupakan salah satu logam yang bersifat antimikroba. Hal ini disebabkan ion-ion logam nikel memiliki kemampuan dapat menembus sel mikroba yang selanjutnya dapat membunuh sel tersebut dengan cara menonaktifkan enzimnya (Chohan, 2000). Banyak yang telah melaporkan tentang adanya aktifitas kompleks nikel(II) terhadap antimikroba. Hal ini dipengaruhi aktifitas penghambat ion-ion logam pada geometri kompleks ligan dan logam (Naik dkk., 2002). Contoh senyawa kompleks yang memiliki aktifitas terhadap antibakteri adalah kompleks Ni(TAMEN)(ClO<sub>4</sub>) yang memiliki nilai *Minimum Inhibitor Concentration* (MIC) sebesar 102 µg/mL. Senyawa kompleks tersebut dapat menghambat pertumbuhan bakteri *E. coli*, *Candida spp* dan *P. aeragirasa*. Aktifitas antibakteri ini tergantung dari struktur kompleks yang berikatan (Popavo dkk., 2012).



(3)

Imidazol tersubstitusi 4,5-difenil-*1H*-imidazol (**3**) memiliki peran baik dalam penghambatan aktifitas sel kolesterol (Harris dkk., 1992). Struktur dua molekul terikat pada posisi asimetris pada senyawa fenil termasuk dalam bentuk polimorfik. Molekul-molekul di kedua polimorf menunjukkan jarak obligasinya mendekati kesamaan identik, tetapi gugus fenil memiliki perbedaan dari sudut dihedral pada imidazol dan berbeda dalam kumpulan kristal. Dalam setiap polimorf, terdapat ikatan hidrogen kuat, rantai ikatan tersebut melibatkan gugus nitrogen dari fragmen imidazol di molekul yang berdekatan dalam satu struktur (Stibrany dkk., 2004).

Dari studi yang telah dilakukan, masih jarang yang melaporkan tentang sintesis kompleks Ni(II) dengan beberapa turunan imidazol. Penelitian ini diharapkan mampu menunjukkan struktur kompleks baru senyawa 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol dengan logam Ni(II) melalui beberapa uji dalam penentuan prediksi struktur.

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang diteliti dalam penelitian adalah :

1. Bagaimana melakukan sintesis ligan 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol dan kompleks ion Ni(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol
2. Bagaimana rumus molekul senyawa kompleks Ni(II) yang disintesis dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol

## 1.3 Tujuan

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mensintesis kompleks Ni(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol.
2. Mengetahui rumus molekul senyawa kompleks Ni(II) yang disintesis dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol.

## 1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dalam penelitian ini diharapkan memberikan metode sintesis senyawa kompleks baru dari nikel(II) dengan ligan 2-metil-4,5difenil-1H-imidazol.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***



## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Senyawa Kompleks**

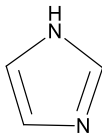
Suatu senyawa tunggal dapat tersusun atas atom-atom atau ion. Senyawa yang tersusun atas atom-atom merupakan senyawa kovalen, sedangkan yang tersusun atas ion-ion merupakan senyawa ionik. Secara umum senyawa yang pembentukannya melibatkan pembentukan ikatan kovalen koordinasi dapat dianggap sebagai senyawa koordinasi. Dalam konteks yang lebih khusus, senyawa koordinasi adalah senyawa yang pembentukannya melibatkan pembentukan ikatan kovalen antara ion logam atau non logam. Pada satu ion kompleks paling sedikit dapat terdiri dari sebuah kation logam utama berikatan dengan molekul anion ligan. Ion kompleks sebagai ion logam dan beberapa jenis ligan yang terikat olehnya. Dalam senyawa kompleks ionik salah satu dari ion tersebut atau keduanya dapat merupakan ion kompleks. Senyawa kompleks juga dapat secara bebas mendonorkan atomnya karena memiliki peranan penting dalam membentuk sebuah koordinasi (Roztocki dkk., 2016).

Struktural kompleks dengan logam dapat terdiri atas pusat logam yang dikelilingi oleh sejumlah ligan organik atau ligan anorganik melalui proses tahapan obligasi koordinasi. Dalam pembentukan senyawa kompleks yang bersifat netral atau senyawa kompleks bersifat ionik, atom logam atau ion logam dikatakan dengan atom pusat, sedang atom yang dapat mendonorkan elektronnya ke atom pusat disebut atom donor. Atom donor terdapat pada suatu ion-ion atau molekul yang netral. Ion dan molekul netral yang dimiliki atom-atom donor yang akan dikoordinasikan pada atom pusat disebut dengan ligan. Untuk menjaga kenetralan muatan pada senyawa kompleks, maka ion kompleks berhubungan dengan ion lain yang dapat disebut juga ion konter. Banyaknya atom yang diikat oleh atom lain tergantung pada kapasitas gabung atau valensi dari masing-masing atom yang berikatan. Senyawa-senyawa yang terbentuk dengan jumlah atom-atom pada valensi sebagai senyawa yang sederhana (Efendy, 2007).

Unsur yang sering digunakan dalam membentuk kompleks ialah pada logam transisi karena pada logam transisi mempunyai keunikan seperti keragaman struktur yang dimiliki, sifat khas yang menarik pada fitokimia dan fitofisika, serta kemampuan logam transisi untuk interaksi spesifik dengan biomolekuler membuatnya menjadi alternatif kecil untuk membuat obat organik (Leung dkk., 2016). Kestabilan dari senyawa kompleks dapat dipengaruhi ion logam sebagai ion pusat dan ligan-ligan. Sedangkan kestabilan ion kompleks tergantung pada muatan ion logam, jari-jari, muatan dan faktor distribusi muatan dimana deret pertama pada logam transisi yang memiliki kestabilan dalam atom pendonornya. Dilihat dari sudut ligan, kestabilan kompleks juga dipengaruhi muatan ion, sifat basa, faktor pembentuk kelat seperti pada ligan multidentat yang tidak terlalu besar membentuk senyawa kompleks dan lebih stabil daripada ligan monodentat, efek sterik dan jumlah cabang yang dimiliki yang menyebabkan ketidak stabilan kompleks (Sukardjo, 1992).

## 2.2 Imidazol

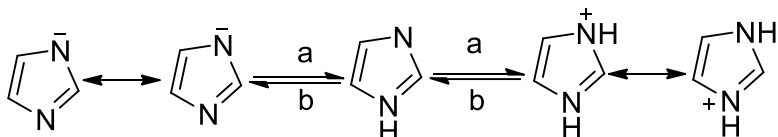
Senyawa Imidazol adalah senyawa aromatik berbentuk planar yang mengandung cincin beranggotakan lima antara lain 3 karbon dan 2 nitrogen dimana dua atom nitrogen tersusun diposisi 1 dan 3. Setiap karbon dalam cincin imidazole memiliki orbital  $p$  tegak lurus dengan cincin dan  $\pi$  yang berisi tiga pasang elektron. Struktur dari imidazol ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur imidazol

Unsur nitrogen yang ada dalam cincin menyebabkan penurunan tingkat energi pada orbital  $p$ , yang membuat elektrolit pada karbon sulit untuk menyerang. Pada aspek yang lain nilai induktif dan efek penarik elektron nitrogen sangat stabil dengan mengalami pembebanan intermediet reaksi. Energi resonansi pada imidazol sebesar 60,9 kJ/mol yang secara signifikan dibawah dari benzen yaitu 151,2 kJ/mol. Gambar 2.2 menunjukkan resonansi imidazol . Karena

terprotonasi dengan atom nitrogen pada posisi 1 maka imidazol bisa ada dikedua bentuk terprotonasi. Dalam air imidazol larut karena mengalami ikatan hidrogen dengan pelarut. Penggantian gugus fungsi pada imidazol dapat di ganti pada masing-masing lima posisi baik secara individu atau semua lima posisi (Tallon, 2010).

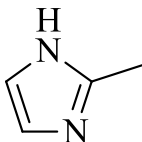


Gambar 2.2 Resonansi stuktur imidazol

Substitusi nukleofilik pada karbon imidazol terbatas pada perpindahan halogen atau kelompok sulfo. Karbanion pada imidazol dapat dibentuk melalui reaksi dengan basa kuat, kemudian setelah karbanion terbentuk maka dapat bereaksi dengan berbagai elektrofil seperti aldehida, keton, ester dan nitril organik. Dalam struktur imidazol keraktifan 5 anion lebih besar dari pada 2 anion, inilah yang menyebabkan perbedaan elektrofil jika reaksi dilakukan secara berurutan. Untuk imidazol pada posisi 4 sulit untuk digantikan, sintesis yang dilakukan (Lindell dkk., 1985) mensintesis dari anion imidazol-4-yl pada suhu kamar dengan penambahan magnesium bromida untuk N yang terlindungi pada posisi 4-iodimidazol. Pada iodoimidazol mengubah reaksi dengan aldehida dan keton untuk memberikan pada karbaniol.

### 2.3 Ligan Turunan 2-Metilimidazol.

Senyawa 2-metilimidazol merupakan senyawa sederhana heterosiklik yang banyak digunakan sebagai bahan pembuat obat-obatan, kimia fotografi, fotothermografik, bahan kimia pertanian dan karet (Reynolds dan Burstyn., 2000). Struktur 2-metilimidazol ditunjukkan pada gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur 2-metilimidazol

N-tersubstitusi turunan imidazol dan 2-metilimidazol termasuk subyek yang menarik dalam bidang kimia organik dan obat karena memiliki aktifitas dan peran terhadap sifat farmakologi seperti antiparasit, antijamur dan antimikroba. Senyawa ini banyak diteliti untuk aktifitas antibakteri terhadap *Escherichia Coli*, *Staphylococcus aureus* dan *Pseudomonas aureginosa* (Khahnadideh dkk., 2003). 2-metilimidazol dapat mengkristal dalam satu molekul sel pada posisi asimetris. Struktur senyawa imidazol dasarnya cincin planar yang khas, geometri cincin aromatik pada senyawa 2-metilimidazol tidak berpengaruh terhadap adanya substituen karena untuk substituen atom metil memiliki sifat cincin heterosiklik semiplanar. Mirip dengan imidazol yang memiliki atom nitrogen tidak tersubstitusi, karena tidak terdapat transfer proton dari nitrogen imidazol. Atom hidrogen sebegini sebagai pengganti pada carbon posisi di 2 dari imidazol terhadap gugus metil tidak berpengaruh besar pada struktur molekul (Harchula dkk., 2010).

Penggabungan senyawa turunan 2-metilimidazol mengikuti pola senyawa imidazol tersubstitusi dan turunan imidazol lainnya seperti 2-nitroimidazol, 2,5-dimetil-4-nitroimidazol dan 2-metil-4,5-dinitroimidazol. Molekul-molekul tersebut dapat digabungkan dengan membentuk ikatan hidrogen N-H...N yang tunggal untuk mengikat dua atom lain dan rantai karbon zigzag (Oro dkk., 2016). Atom nitrogen yang tidak tersubstitusi pada struktur molekul imidazol bertindak sebagai asektor ikatan hidrogen ke atom nitrogen dalam gugus N-H. Interaksi antarmolekul ini menunjukkan pembentukan rantai ikatan hidrogen yang tidak terbatas.

## 2.5 Kompleks Nikel(II) dengan Turunannya

Nikel merupakan logam golongan transisi yang terletak pada periode empat deret pertama, logam nikel bernomor atom 28 dan

massa atomnya 58,71. Dalam keadaan ion logam, nikel(II) lebih stabil karena pada nikel(I) dan nikel(0) mudah teroksidasi dan nikel (III) mudah tereduksi menjadi nikel(II) sedang untuk nikel(IV) jarang ditemukan. Bentuk kompleks nikel(II) pada umumnya berbentuk oktahedral atau bujur sanka (*square planar*) (Lee, 1991).

Kompleks logam transisi telah banyak memberikan perhatian para peneliti karena aktifitas biologis. Gałczyńska dkk (2015) mensintesis nikel(II) dengan imidazol-4asetat anion (iaa) yang memiliki struktur stokiometri  $[\text{Ni}(\text{iaa})_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{H}_2\text{O}$ . Pengujian senyawa kompleks dilakukan untuk mengetahui efek antibiotik bakterisida dan pengaruhnya terhadap pertumbuhan sel eukariotik. Nilai yang ditunjukkan bahwa kompleks nikel(II) tidak toksik terhadap sel tubuh manusia, hal ini ditunjukkan nilai A459 sebesar  $<125 \mu\text{M}$ .

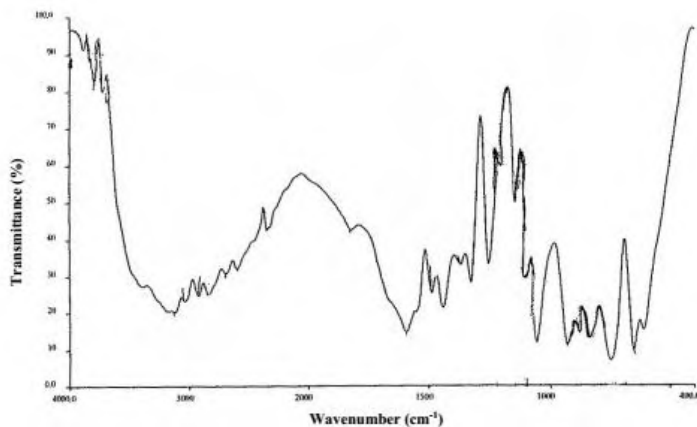
Senyawa kompleks  $[\text{NiL}(\text{H}_2\text{O})_2]\text{NO}_3 \cdot \text{CH}_3\text{OH}$  memiliki bentuk oktahedral seperti yang telah dilaporkan An dkk (2015). Ikatan yang terjadi didalam struktur kompleks karena ikatan yang dimiliki dalam strukturnya. Panjang ikatan Ni-N (imidazol) lebih pendek dibandingkan dengan Ni-N (imina). Dalam kation  $[\text{NiL}(\text{H}_2\text{O})_2]^+$ , ion logam kompleks nikel(II) mengikat tiga atom oksigen yang berasal dari dua molekul air dan karboksilat. Tiga atom nitrogen dari ligan ini menunjukkan geometri molekul kompleks oktahedral. Dua cincin pada imidazol memiliki sudut hedral yang sejajar. Kation  $[\text{NiL}(\text{H}_2\text{O})_2]^+$  membentuk rantai heliks dari ikatan hidrogen terkoordinasi terhadap molekul air yang terikat (An dkk., 2013).

## 2.6 Karakterisasi Ligan dan Kompleks

### 2.6.1 Spektroskopi Inframerah (FT-IR)

Spektroskopi inframerah didasarkan pada vibrasi molekul pada atom. Spektrum inframerah umumnya diperoleh dengan melewati radiasi inframerah pada sampel dan menentukan radiasi yang diserap dengan menunjukkan pada tingkat energi tertentu. Energi yang muncul pada setiap puncak dalam serapan spektrum mengalami korespondensi dengan frekuensi getaran dari masing-masing sampel. Prosedur pengambilan sampel sangat tergantung pada jenis dari pada sampe untuk diperiksa, seperti wujud padat, cair atau gas (Stuart,

2004). Salah satu contoh spektrum FT-IR ditunjukkan pada Gambar 2.5.



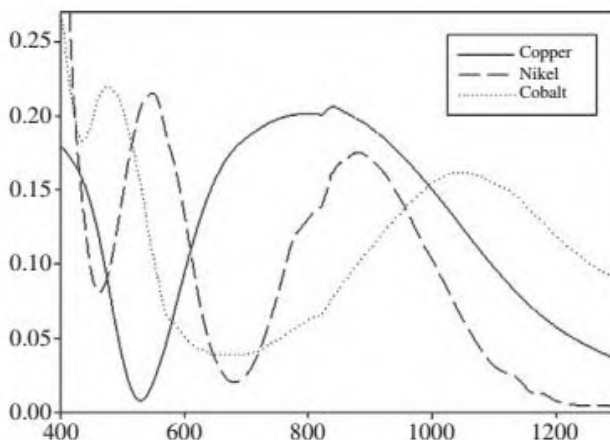
Gambar 2.4 Spentrum FT-IR Senyawa Imidazol

Gambar 2.4 menunjukkan adanya gugus vibrasi C-H pada panjang gelombang 3000-3100  $\text{cm}^{-1}$ . Pada wilayah ini, puncak-puncak tidak begitu terpengaruh terhadap substituen alam sehingga puncak khas C-H pada spektrum di panjang gelombang 3126, 3040 dan 2992  $\text{cm}^{-1}$ . Dalam semua senyawa heterosiklik, vibrasi N-H terjadi pada kisaran panjang gelombang 3500-3000  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak khas imidazol untuk vibrasi N-H muncul pada daerah 3376  $\text{cm}^{-1}$ . Vibrasi C-N dalam spektrum FT-IR tersebut muncul pada panjang gelombang pada daerah kisaran 1486, 1440, 1367 dan 1325  $\text{cm}^{-1}$  (Ramasamy, 2015).

### 2.6.2 Spektrofotometer UV-Vis

Analisis kimia untuk dapat mengetahui data secara kualitatif dan kuantitatif umumnya menggunakan optik ataupun dengan cara basah. Alat instrument biasanya untuk menentukan suatu zat pada kadar yang rendah. Metode sederhana untuk menentukan zat organik dan anorganik dapat dengan metode Spektrofotometer Ultra-violet dan Sinar Tampak. Spektrum cahaya tampak terdiri dari komponen-komponen merah, jingga, kuning, hijau, biru dan ungu dimana masing-masing warna mempunyai panjang gelombang yang berbeda. Spektrofotometri ultra violet-tampak secara umum dapat berdasarkan

dari pembentukan warna antara analit dengan pereaksi yang digunakan. Dengan menggunakan pereaksi yang memiliki warna akan menaikkan sensitivitas sehingga batas deteksinya rendah (Purwanto, 2012).



Gambar 2.5 Spektrogram UV-Vis kompleks Co(II), Ni(II) dan Cu(II) dengan Ligan Piridimidazol

Spektrum diatas menunjukkan panjang gelombang berbeda dengan ligan yang sama. Seperti yang ditunjukkan Gambar 2.5 kompleks nikel(II) memiliki dua panjang gelombang maksimum yaitu pada 572 dan 924 nm. Cobalt(II) berada pada gelombang maksimum 501 dan 1073 nm. Sedangkan pada kompleks copper(II) panjang gelombang maksimum di 800 nm karena pada spektra hanya menunjukkan satu puncak (Okewole dkk., 2012)

### 2.6.3 Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Metode ini sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah. Tentu saja perbandingan banyaknya atom yang tereksitasi terhadap atom yang berada pada tingkat dasar harus cukup besar, karena metode serapan atom hanya tergantung pada perbandingan ini dan tidak bergantung pada suhu. Teknik AAS menjadi alat yang canggih dalam analisis. Ini disebabkan diantaranya oleh kecepatan analisisnya, ketelitiannya sampai tingkat runtu, tidak memerlukan

pemisahan pendahuluan. AAS dapat digunakan sampai enam puluh satu logam. Non-logam yang dapat dianalisis adalah fosfor dan boron. Logam alkali dan alkali tanah paling baik ditentukan dengan metode emisi secara fotometri nyala (Khopkar, 2003).

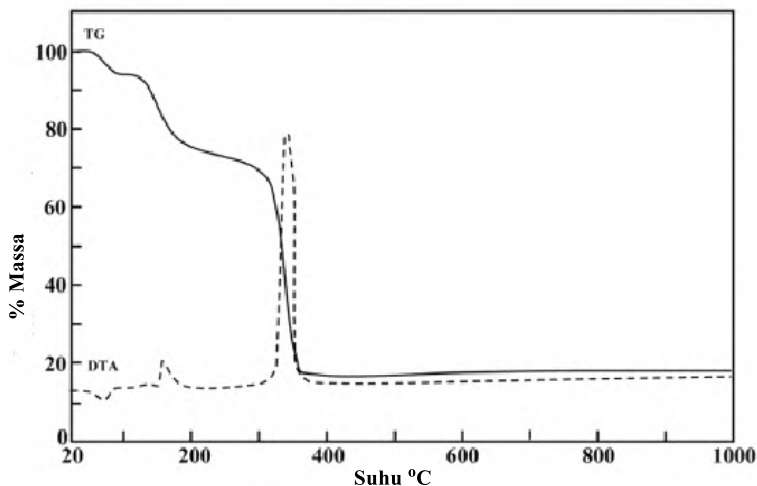
Prinsip ini didasarkan pada penyerapan energi radiasi oleh atom-atom netral pada tingkat keadaan dasar, pada panjang gelombang tertentu menyebabkan tereksitasinya menjadi berbagai tingkat energi. Keadaan ketika mengalami eksitasi ini menyebabkan tidak ketidakstabilan dan kembali ke tingkat dasar dengan melepaskan sebagian atau seluruh energi saat eksitasinya dalam bentuk radiasi. Sumber radiasi dinamakan lampu katoda berongga. Suatu sumber radiasi spektrum atom harus mempunyai garis tajam dan lebar seperti yang dibutuhkan untuk serapan-serapan atom-atom (Kenkel, 2003).

Selektivitas dalam AAS sangat penting, karena setiap elemen memiliki satu tempat yang berbeda dari tingkat energy dan menimbulkan garis penyerapan yang sempit. Oleh karena itu pemilihan monokromator penting untuk mendapatkan kurva kalibrasi linier, luas dari spesies harus menyerap lebih luas dibandingkan dengan sumber cahaya, yang sulit dicapai dengan monokromator biasa. Monokromator adalah bagian dari instrument yang sangat penting dari sebuah spektrometer AAS karena digunakan untuk memisahkan ribuan baris yang dihasilkan oleh semua elemen dalam sampel. Tanpa monokromator yang baik, batas deteksi terganggu. Sebuah monokromator digunakan untuk memilih panjang gelombang tertentu dari cahaya yang diserap oleh sampel dan membedakan dengan panjang gelombang lain. Pemilihan panjang gelombang cahaya tertentu memungkinkan untuk unsur tertentu dengan menarik unsur-unsur lain. Lampu dipilih oleh monokromator yang diarahkan ke detektor, biasanya tabung fotomultiplier, berfungsi untuk mengubah sinyal cahaya menjadi sinyal listrik yang proposional dengan intensitas cahaya tertentu. Gangguan yang terjadi bila pada luas daerah dari spesies menyerap lebih luas dibandingkan dengan sumber cahaya maka dengan sumber radiasi membentuk garis-garis yang sempit (García, 2010).



### 2.6.4 Thermogravimetry Analysis (TGA)

*Thermogravimetry* adalah teknik analisis termal yang mengukur jumlah dan tingkat perubahan berat bahan sebagai fungsi waktu dalam keadaan yang terkendali. Pengukuran TGA menentukan komposisi bahan dan memprediksi stabilitas termal yang bisa mencapai suhu tinggi. Namun dengan prosedur eksperimental yang tepat, informasi tambahan tentang dekomposisi bahan diperoleh. Jenis penurunan berat bahan yang khas dianalisis untuk mengetahui jumlah atau persen dari berat bahan pada suhu tertentu, sedangkan jumlah atau persen dari residu dibakar pada sampai suhu akhir dan suhu pada tahap degradasi (Gopalakrishnan, 2011). Kompleks imidazol dapat mengalami dekomposisi dalam beberapa tahapan, dapat dijelaskan pada Gambar 2.6 Grafik TGA pada kompleks turunan imidazol.



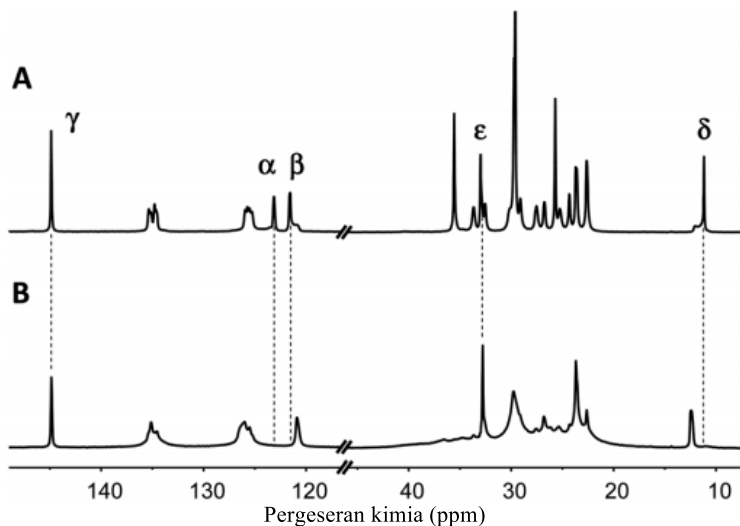
Gambar 2.6 Grafik TGA Kompleks  $[\text{Cu}(\text{pic})_2(\text{im})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Tahapan pertama dari dekomposisi termal kompleks sebesar 7,52 % pada suhu 65 °C. Tahap kedua pada kisaran suhu 135-302 °C mengalami dekomposisi massa sebesar 27,79 % karena hilangnya dua mol ligan imidazol. Dekomposisi dua ligan picilnota (pic) terjadi pada tahap ketiga pada kisaran suhu 305-460 °C (Heren dkk., 2006).

### **2.6.5 Nuclear Magnetic Resonance (NMR)**

Resonansi magnet inti atau nuklir dengan magnetik resonansi merupakan penyelidikan tentang sifat molekul yang mengandung inti magnetic, dengan memberikan medan magnet dan mengamati frekuensi ketika molekul itu beresonansi dengan medan magnet elektromagnetik. Spektrometer NMR terdiri dari magnet yang dapat menghasilkan medan yang kuat dan seragam, serta sumber radiasi elektromagnet frekuensi radio yang sesuai. Dalam alat sederhana, medan magnet ditimbulkan oleh electromagnet sedangkan untuk kerja yang bagus, digunakan magnet superkonduktor yang dapat menghasilkan medan dengan orde 10 T atau lebih (Atkins, 1996).

Metode yang semua menggunakan prinsip spektroskopi seperti pada NMR bergantung pada kemampuan materi untuk berinteraksi dengan radiasi elektromagnetik. Karena spin nuklir memiliki perbedaan populasi yang kecil, daerah energi transisi sulit untuk terdeteksi langsung secara efisien, seperti spektroskopi lainnya. Selain itu inti dalam molekul beresonansi pada frekuensi yang sedikit berbeda dan bervariasi frekuensi ketika eksitasi pada spektrum NMR. Semua inti berputar sesuai dengan jenis ini dalam molekul di setiap medan magnet yang sama, karenanya beresonansi pada frekuensi yang sehingga membuat spektrum NMR mendeteksi struktur. Elektronik di sekitar ini membuat medan magnet menjadi efektif di modulasi. Sumber modulasi adalah gerakan elektron yang menciptakan medan magnet sekunder sebagai tambahan perlindungan pada medan magnet eksternal (Ernst and Anderson, 1966).



Gambar 2.7 Spektrum  $^{13}\text{C}$ -NMR senyawa dimetilimidazol

Dimetilimidazol memiliki puncak-puncak ditunjukkan pada Gambar 2.7. Puncak 144,9 ppm menjelaskan adanya reaksi silang gugus karbon  $\delta$ . Namun pada puncak karbon  $\alpha$  dan  $\beta$  menunjukkan pergeseran kimia yang lebih tinggi. Adanya tumpang tindih dari unsur lain menyebabkan puncak karbon  $\alpha$  sedikit menghilang ditunjukkan dengan adanya resonansi pada pergeseran kimia 125,6 ppm. Hal ini menjelaskan karbon  $\alpha$  dekat dengan gugus nitrogen sedangkan karbon  $\beta$  menunjukkan kecanggungannya dalam interaksi yang memberikan efek pergeseran kimia berbeda (Pire dkk., 2011)

#### 2.6.6 Uji Toksisitas *Brine Shrimp Lethality* (BSLT)

Metode larva udang digunakan sebagai indikator untuk toksisitas umum dan juga sebagai panduan dalam mendeteksi senyawa antitumor dan beracun. Biaya rendah dan kemudahan melakukan uji serta ketersediaan komersial telur udang yang murah membuat metode ini sangat berguna. Berbagai pengujian telah tercatat efektif untuk mengetahui nilai biaktifitas dari isolasi dan ekstraksi pada tumbuhan (Olowa, 2013). Banyak penelitian yang menunjukkan

penggunaan metode ini untuk studi lingkungan, pendefisian untuk racun alami, dan untuk penentuan umum zat bioaktifitas dalam ekstraksi tumbuhan. Hasil tes dari BSLT ditunjukkan dengan suatu respon biologis karena adanya dosis memtaikan atau tidaknya suatu sampel dan memiliki korelasi cukup baik dengan sitotoksik atau sifat bilogis (Montanher, 2002).

Untuk mendapatkan nilai  $LC_{50}$  dihitung dahulu % mortalitas dengan persamaan:

$$\% \text{ mortalitas} = \frac{\text{jumlah kematian}}{\text{jumlah larva mati} + \text{larva hidup}} \times 100 \%$$

Selanjutnya dibuat grafik dengan log konsentrasi sebagai sumbu x terhadap % mortalitas sebagai sumbu y. Nilai  $LC_{50}$  didapatkan dari persamaan regresi linier  $y = ax + b$ . Nilai  $LC_{50}$  dapat ditentukan dengan memasukkan semua nilai ke dalam persamaan regresi sehingga dapat diketahui nilai x dari persamaan dan nilai antilog x merupakan nilai  $LC_{50}$  pada suatu senyawa (Juniart, 2009).

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain peralatan gelas, kondensor, propipet, pipet volum, olat KLT, kondensor, alat refluks, desikator vakum, vial, labu leher tiga, kertas saring *whatman*, kertas pH, *hotplate*, *magnetic stirrer*, penangas air dan neraca analitik ohaus. Untuk karakterisasi menggunakan spektrofotometer FT-IR (8400S Shimadzu) di Laboratorium Instrumental Kimia ITS, *Atomic Absorbstion Spectroscopy* (AAS) di Laboratorium Instrumentasi Kimia ITS, *Thermogravimetry Analyzer* (TGA-METTLERTOLEDO) di Pusat Laboratorium Energi ITS, analisis kandungan unsur CHNS (*Thermo Finningan EA 1112*), UV-Vis (*Thermo Electron Sci UV-Vis Spectrophotometer 335908P-000*) Analisis Spektroskopi Resonansi Magnetik Nuklir (NMR  $^1\text{H}$  500 M Hz,  $^{13}\text{C}$  125 M Hz) di Laboratorium Instrumen 2 ITB. Analisis unsur C, H, N menggunakan *flash 2000 elemental organic compounds* dan peralatan *Uji Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT).

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 2-difeniletana-1,2-dion ( $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{O}_2$ ), etanol, *n*-heksan (NH), etil asetat (EA), kloroform, HCl 5 M, metilen klorida (MC), asam asetat glasial ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), ammonium asetat ( $\text{NH}_4\text{OAc}$ ), asetaldehid dan aquaDM. Uji toksisitas pada senyawa kompleks menggunakan air laut dan benur udang *Artemia salina*.

#### **3.2 Prosedur Penelitian**

##### **3.2.1 Sintesis Ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol.**

Ligan disintesis dengan melarutkan 1,0503 gram 2-difenil-1,2-dion, 0,7712 gram ammonium asetat dan ditambahkan asetaldehid 0,28 ml dalam 25 ml asam asetat glasial ke labu tiga

leher . Campuran diaduk pada suhu 118-120 °C dengan menggunakan stirrer selama 5 jam. Setelah reaksi berjalan 30 menit , ditambahkan ammonium asetat 0,7728 gram dalam 3 ml asam asetat glasial dan 0,3 ml asetaldehid. Reaksi dipantau dengan KLT setiap 15 menit menggunakan eluen etil asetat:n-heksan. Produk hasil reaksi, larutan dituangkan dalam gelas beker dan diletakkan di atas es 250 gram yang telah dihancurkan, amoniak ditambahkan tetes demi tetes setiap 5 ml sampai pH 8 pada larutan. Hasil yang diperoleh disaring dan dicuci dengan aquaDM dingin kemudian dikeringkan dengan vakum. Setelah cukup kering produk selanjutnya direkristalisasi dengan etil asetat agar didapat kemurnian yang tinggi.

### **3.2.2 Analisis FT-IR ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol**

Penentuan gugus fungsi dalam ligan dapat ditentukan dengan karakterisasi spektroskopi inframerah. Sebelum analisis dilakukan pembuatan pelet 5 mg dengan komposisi 50 mg KBr, kemudian diletakkan dalam *press holder*. Selanjutnya pelet diletakkan pada tempat sampel dan diukur pada bilangan gelombang 4000-375 cm<sup>-1</sup>.

### **3.2.3 Analisis <sup>1</sup>H-NMR ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol**

Karakterisasi spektroskopi <sup>1</sup>H-NMR menunjukkan informasi lingkungan proton pada ligan, sehingga didapat jenis dan jumlah proton yang terdapat pada ligan sintesis.

### **3.2.4 Analisis <sup>13</sup>C-NMR ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol**

Hasil dari karakterisasi spektroskopi <sup>13</sup>C-NMR akan menunjukkan informasi lingkungan karbon pada ligan, sehingga didapat jenis dan jumlah karbon yang terdapat pada ligan sintesis.

## **3.3 Sintesis Senyawa Kompleks Ni(II) dengan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol**

Logam nikel(II) ditimbang sebanyak 0,044 gram dan ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol 0,140 gram dan dilarutkan dalam 25

ml etanol. Campuran distirer dan direfluks pada suhu 75 °C selama 5 jam. Perbandingan yang digunakan pada sintesis kompleks adalah 1:3 untuk logam:ligan. Larutan yang diperoleh dituang ke dalam gelas beker ditutup plastik *warp* dan *aluminium foil* secara rapat, kemudian larutan diletakkan pada desikator dan didiamkan selama beberapa hari sampai membentuk kristal. Kristal yang diperoleh selanjutnya disaring. Hasil padatan yang diperoleh kemudian ditimbang dan dikarakterisasi.

### **3.4 Analisis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks**

#### **3.4.1 Karakterisasi dengan Spektroskopi FTIR**

Padatan kompleks nikel(II) digerus dengan KBr menggunakan *mortar* sehingga menjadi homogen dan dibentuk dijadikan pelet. Pelet yang sudah dicetak diletakkan pada holder FT-IR untuk selanjutnya dikarakterisasi.

#### **3.4.2 Karakterisasi dengan Spektroskopi UV-Vis**

Disiapkan cuplikan diukur dengan panjang gelombang 200-800 nm. Cuplikan dilarutkan dalam pelarut etanol dengan konsentrasi 0,01M. Volume kuvet yang dipakai sebanyak 2,5 ml.

#### **3.4.3 Analisis *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS)**

Kandungan logam nikel dalam kompleks [Ni(II)-2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol dapat diketahui dengan analisis AAS. Uji Analisis SSA kompleks nikel menggunakan 3 larutan standar, larutan cuplikan kompleks nikel ( 5 mg, 5 ml etanol) untuk uji kandungan logam nikel dalam kompleks.

#### **3.4.4 Analisis Unsur C, H dan N dalam Senyawa Kompleks**

Alat untuk analisis C, H dan N dalam senyawa distandarisasi dahulu dengan *L-Cistina Standard* ( $C_6H_{12}N_2O_4S_2$ , C= 29,99 %, H= 5,03 %, N= 11,66 %, S= 26,69 %, dan O= 26,53 %). Sebanyak 2,83 mg sampel ditempatkan dalam aluminium foil lalu ditambahkan vanadium oksida untuk menyempurnakan reaksi oksidasi. Sampel tersebut dimasukkan dalam pelat berlubang untuk dilakukan pembakaran dengan gas oksigen.

### 3.4.5 Analisis TGA

Analisis termal ini digunakan untuk mengetahui kestabilan material kompleks [Ni(II)-2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol. Diambil 5 mg untuk dilakukan uji karakterisasi dan dimasukkan dalam botol vial kecil. Karakterisasi sampel dilakukan dengan laju suhu 10 °C/menit dengan rentan suhu dari 20-500 °C.

### 3.5 Uji Toksisitas *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)

#### 3.5.1 Penetasan Telur Benur Udang *Artemia Salina*

Disiapkan wadah untuk penetasan telur udang. Di salah satu sisi wadah diletakkan lampu. Di dalam wadah diisi dengan air laut. Dimasukkan telur udang ke dalam wadah dan lampu dinyalakan selama 48 jam untuk menetasakan telur. Larva udang yang hidup untuk diuji.

#### 3.5.2 Persiapan Larutan Kompleks

Dibuat larutan stok kompleks dengan konsentrasi 1000 ppm dalam 100 mL air laut. Ditambahkan sedikit metanol dalam sampel untuk melarutkan kompleks dan ditambahkan air laut hingga tanda batas labu ukur 100 mL. Dibuat pula larutan kompleks dengan konsentrasi 500 ppm, 250 ppm, 125 ppm, 62,5 ppm dan 25 ppm dengan prinsip pengenceran dari larutan stok 1000 ppm.

#### 3.5.3 Uji Toksisitas

Disiapkan larutan kompleks yang akan diuji dengan konsentrasi 1000 ppm, 500 ppm, 250 ppm, 125 ppm, 62,5 ppm dan 25 ppm masing-masing 100 µL dalam wadah uji. Dimasukkan 10 ekor larva udang ke dalam setiap konsentrasi larutan kompleks. Setiap konsentrasi larutan dilakukan tiga kali pengulangan. Disiapkan larutan kompleks 0 ppm (tanpa penambahan sampel) sebagai kontrol.

Data uji toksisitas selanjutnya dihitung % mortalitasnya dengan permisalan persamaan seperti berikut :



$$\%K = \frac{H}{T + M} \times 100\%$$

Keterangan simbol :

% K = % mortalitas

H = jumlah larva udang yang hidup

T = total jumlah larva keseluruhan

M = jumlah larva yang mati

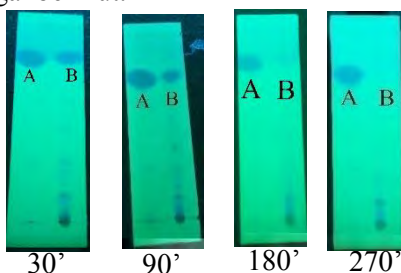
***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Sintesis dan Karakterisasi Ligan (1)

Ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**1**) disintesis sesuai dengan prosedur pada penelitian Jain dkk. (2010). Sintesis ligan dilakukan dengan mereaksikan 1,2-difeniletanan-1,2-dion (1,0531 gram; 5 mmol) dan ammonium asetat (0,7712 gram; 10 mmol) ke dalam pelarut asam asetat glasial sebanyak 25 ml serta asetaldehid (0,28 ml; 5 mmol) menggunakan metode refluks. Benzil berwujud padat dan berwarna kuning. Sumber nitrogen pada reaksi pembentukan imidazol adalah ammonium asetat yang berwujud padat, berwarna bening dan bersifat higroskopis. Penggunaan asam kuat seperti asam asetat glasial memiliki peran agar benzil dan ammonium dapat terlarut sempurna. Metode refluks digunakan dalam mensintesis 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**1**) pada kondisi panas. Pemanasan dilakukan agar terjadinya reaksi lebih cepat. Campuran direaksikan pada suhu 118-125°C selama 5 jam dan dimonitoring menggunakan KLT setiap 15 menit. Eluen yang digunakan dalam monitoring adalah eluen etil asetat:*n*-heksan= 2:8 setiap 15 menit. Monitoring dilakukan terhadap dua titik yaitu benzil dan produk. Reaksi dan monitoring terus dilakukan sampai didapat jarak retensi ( $R_f$ ) produk berbeda dengan jarak retensi ( $R_f$ ) prekursor (benzil). Hasil monitoring uji KLT dapat dilihat pada Gambar 4.1 sebagai berikut.



Gambar 4.1 Hasil Monitoring Uji KLT setiap 15 menit  
(A=Benzil; B=Produk)

Gambar 4.1 menunjukkan keadaan noda pada menit pertama sampai reaksi dihentikan. Pada monitoring KLT menit 30 produk dan benzil masih sejajar, sampai menit 90 masih terdapat noda benzil yang menandakan bahwa produk masih mengandung benzil. Menit ke 180 dan 270 noda benzil sudah mulai hilang dan noda baru lebih terlihat jelas yang menjelaskan bahwa produk sudah terbentuk dan reaksi refluks dihentikan.

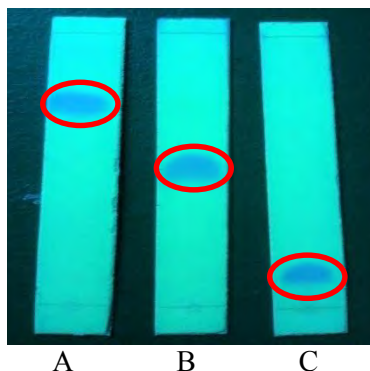
Pada reaksi dalam refluks larutan awal memiliki berwarna coklat terang dan akhir reaksi menjadi coklat gelap sedikit kental. Larutan diletakkan disuhu ruang dan diletakkan dalam air dingin serta ditambahkan dengan amoniak sampai pH 8. Penambahan tersebut dilakukan di ruang asam karena memiliki bau yang sangat menyengat dan berbahaya jika terhirup. Larutan tersebut disaring untuk memisahkan filtrat dan endapan. Endapan yang diperoleh dibilas dengan aquades dingin dan diletakkan pada desikator vakum untuk menghilangkan air yang masih terikat pada endapan. Endapan direkristalisasi agar didapatkan produk yang memiliki kemurnian yang tinggi.

Senyawa hasil sintesis 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**1**) yang sudah murni setelah direkristalisasi ditimbang massanya. Rendemen ligan (**1**) diperoleh 54,36% dan perhitungan rendemen disajikan pada Lampiran B. Hasil sintesis ligan dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Hasil Sintesis Ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Pengujian kemurnian pada hasil sintesis ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**1**) dengan uji KLT tiga eluen menunjukkan tiga posisi pada plat KLT. Hasil uji KLT tiga titik dapat dilihat pada Gambar 4.3.

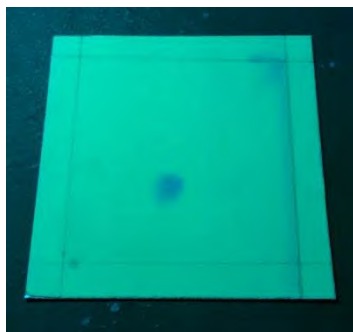


Keterangan :

- A : Etil Asetat 100%
- B : Etil Asetat dan Metilen Klorida 1:1
- C : Etil Asetat dan *n*-Heksana 3:7

Gambar 4.3 Hasil Uji Tiga Eluen Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol (**1**)

Berdasarkan Gambar 4.3 bahwa tiga eluen berbeda menunjukkan satu noda tunggal pada plat KLT. Rekristalisasi yang dilakukan telah memurnikan senyawa ligan dari pengotor. Setelah uji ini selesai dilakukan kromatografi lapis tipis 2D untuk menunjukkan bahwa ligan hasil sintesis 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**1**) yang didapat benar murni. Terdapat noda tunggal pada plat KLT 2D yang menunjukkan senyawa telah murni (Gambar 4.4). Hasil uji titik leleh diperoleh titik leleh ligan sebesar 124 °C.

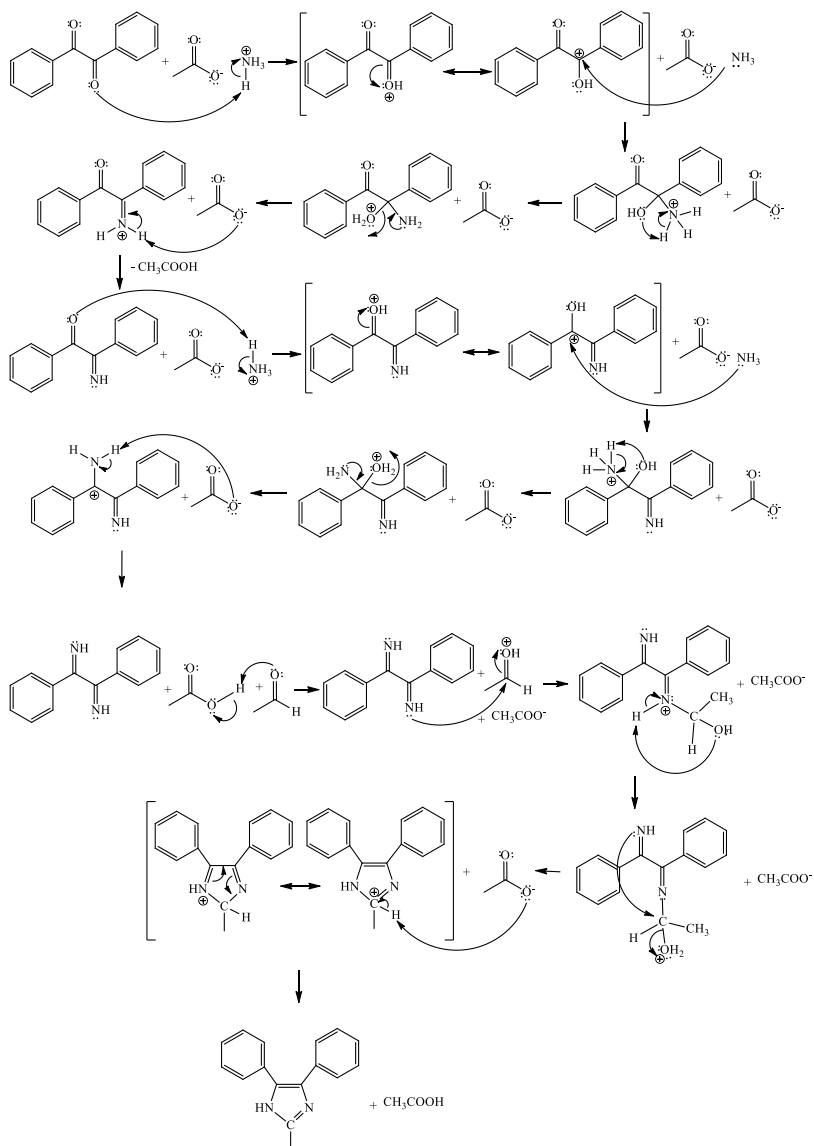


Gambar 4.4 Hasil KLT 2D Ligan Hasil Sintesis 2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol

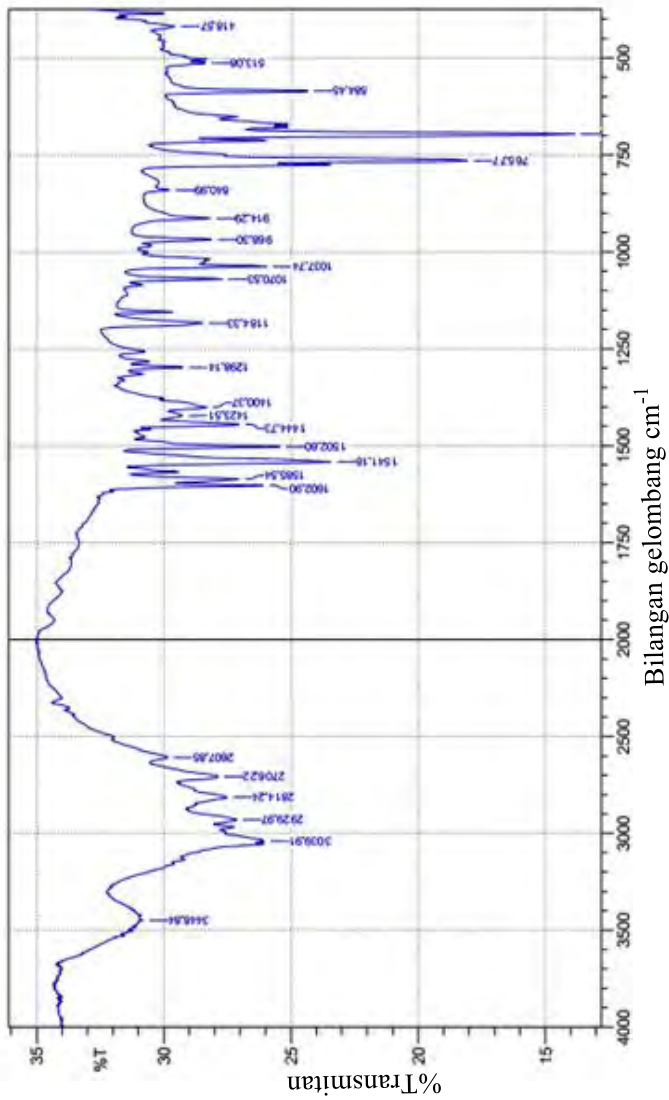
Mekanisme reaksi dari sintesis ligan 2-metil-4,5difenil-1*H*-imidazol (**1**) dapat dilihat pada Gambar 4.5.

Karakterisasi pada ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**1**) dengan FT-IR, C-NMR dan H-NMR. Hasil spektrum FTIR ligan (**1**) dapat dilihat pada Gambar 4.6.

Berdasarkan hasil spektrum FT-IR pada Gambar 4.6 menunjukkan bahwa ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**1**) berhasil disintesis. Dapat dilihat pada spektrum FT-IR memiliki puncak khas  $448,84\text{ cm}^{-1}$  dan  $3039\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus N-H sekunder, stuktur khas pada imidazol. Serapan vibrasi  $\text{=C-H}$  aromatis muncul pada daerah  $2929,97\text{ cm}^{-1}$ . Serapan vibrasi untuk gugus  $\text{C=N}$  muncul pada daerah  $1602,90\text{ cm}^{-1}$ . Hasil spektrum FTIR tersebut sesuai teori yang dilakukan (Zheng dkk., 2016). Perbandingan hasil serapan IR secara teoritis dan eksperimen dapat dilihat pada tabel 4.1.



Gambar 4.5 Mekanisme reaksi sintesis ligan (1)



Gambar 4.6 Spektrum FT-IR ligan sintesis 2-metil-4,5difenil-1H-imidazol.



Tabel 4.1 Hasil Perbandingan Data FT-IR Ekperimen dan Teoritis

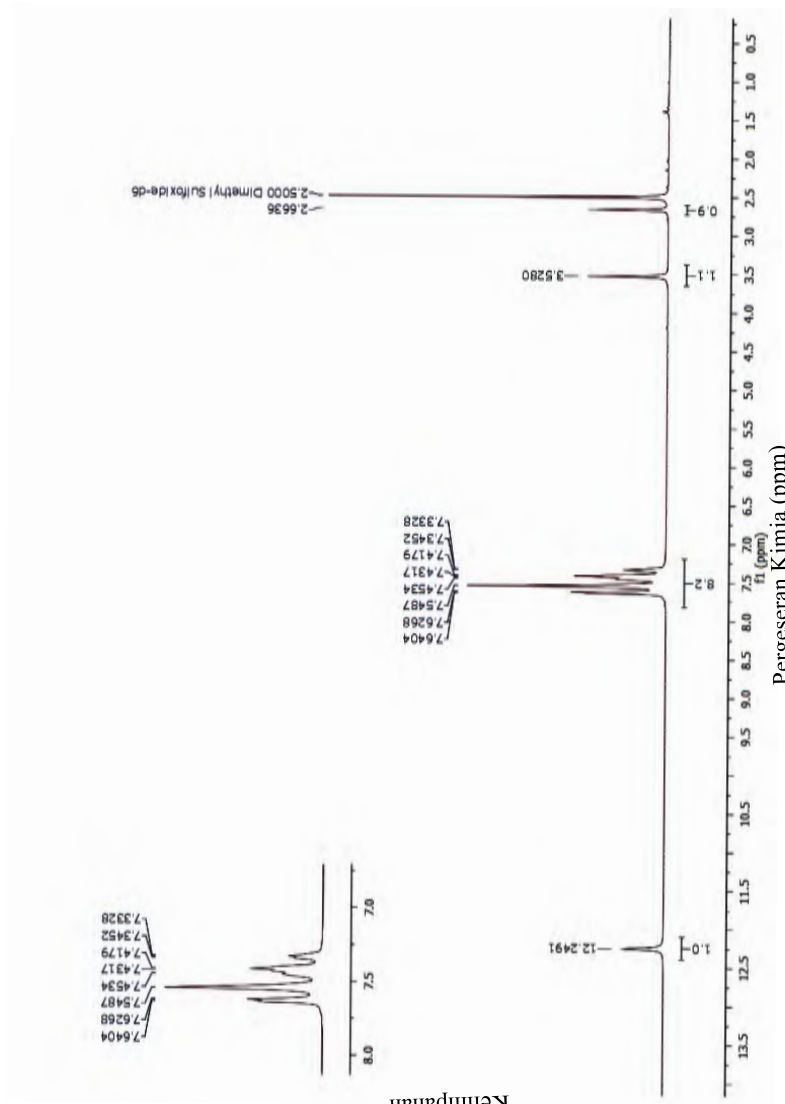
<b>FT-IR ekperimenn</b>	<b>FT-IR toritis</b> (Zheng dkk., 2016)
3448,84 $\text{cm}^{-1}$ N-H imidazol	3398-3420 $\text{cm}^{-1}$ N-H imidazol
2929,97 $\text{cm}^{-1}$ =C-H aromatis	3028 $\text{cm}^{-1}$ =C-H aromatis
1602,90 $\text{cm}^{-1}$ C=N	1598 $\text{cm}^{-1}$ C=N

Karakteriasi  $^1\text{H}$ -NMR dan  $^{13}\text{C}$ -NMR dilakukan untuk membuktikan bahwa ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**1**) telah berhasil disintesis. Spektrum  $^1\text{H}$ -NMR ditunjukkan pada Gambar 4.7. Spektum  $^1\text{H}$ -NMR menunjukkan bahwa pada karakterisasi  $^1\text{H}$ -NMR terdapat 11 proton 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol.

Perbandingan hasil dari  $^1\text{H}$ -NMR ligan 2-metil-4,5difenil-1*H*-imidazol (**1**) dengan teori dapat dilihat pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Hasil Perbandingan  $^1\text{H}$ -NMR Ekperimen dan Teoritis

$^1\text{H}$ -NMR ekperimen	$^1\text{H}$ -NMR teoritis (Chuang Zhang <i>et al</i> , 2016)
A : $\delta$ 12,24 ppm (s, 1H)	$\delta$ 12,77 ppm (s, 1H)
B : $\delta$ 7,3-7,6 ppm (d, 5H)	$\delta$ 7,2-7,8 ppm (d, 5H)
C : $\delta$ 2,6 ppm (s, 3H)	

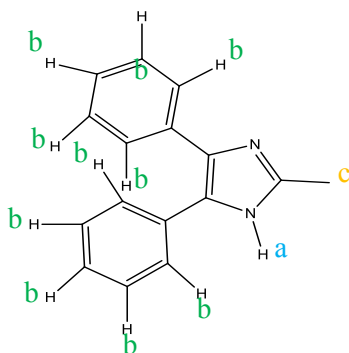


Pergeseran Kimia (ppm)

Gambar 4.7 Spektrum  $^1\text{H}$ -NMR ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol sintetis.

Kelimpahan

Pergeseran pada proton A terdapat pada 13 ppm dan menunjukkan bahwa proton A lebih *downfield* daripada proton B dan C disebabkan proton A yang memiliki keelektronegativitas yang tinggi karena terikat langsung pada nitrogen. Proton B memiliki pergeseran kimia pada 7,3-7,6 ppm dengan integritas 10H dimana terdapat pada proton gugus fenil. Proton C pergeseran kimia pada 2,6 ppm menunjukkan bahwa proton di gugus imidazol tersubstitusi dengan CH<sub>3</sub>. Posisi atom H dapat dilihat pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Letak Posisi H ligan 2-metil-4,5difenil-1H-  
Imidazol (**1**)

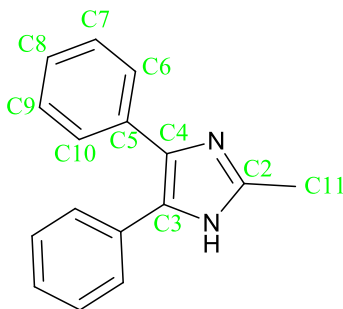
Karakterisasi ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol (**1**) dengan <sup>13</sup>C-NMR untuk mengetahui jumlah atom karbon yang dimiliki pada ligan. Pada Gambar 4.10 spektrum <sup>13</sup>C-NMR menunjukkan bahwa sintesis telah berhasil dilakukan.

Perbandingan hasil spektra Spektra ligan <sup>13</sup>C-NMR ligan (**1**) dari sintesis dengan teori dapat dilihat pada tabel 4.3.

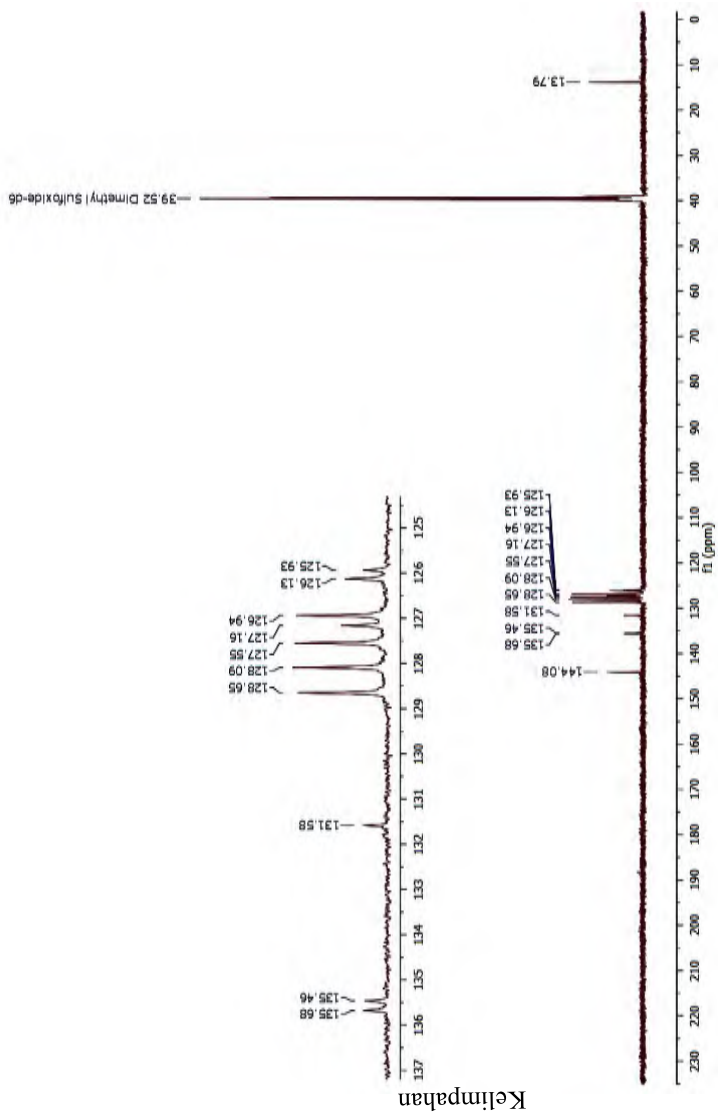
Tabel 4.3 Hasil perbandingan  $^{13}\text{C}$ -NMR eksperimen dan teoritis

$^{13}\text{C}$ -NMR eksperimen	$^{13}\text{C}$ -NMR teoritis (Zhang dkk., 2016)
A : $\delta$ 144,08 ppm (s, C=N imidazol)	$\delta$ 145,14 ppm (s, C=N imidazol)
B : $\delta$ 135,68-125,93 ppm (d, =C-C fenil)	$\delta$ 137,44 – 125,45 ppm (d, =C-C fenil)
C : $\delta$ 13,78 ppm (C-C metilimidazol)	

Pergeseran kimia pada karbon A 144,08 ppm menunjukkan karbon yang berada gugus fungsi imidazol, dimana karbon yang langsung terikat dengan nitrogen. Untuk pergeseran kimia karbon B pada 135,68-125,93 ppm gugus fungsi karbon pada fenil. Pergeseran karbon C dengan nilai 13,78 ppm membuktikan bahwa metil terikat pada karbon digugus fungsi imidazol. Posisi dari karbon dapat dilihat pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Posisi dan Jenis Karbon Ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol



Pergeseran kimia (ppm)

Gambar 4.10 Spektrum ligan <sup>13</sup>C-NMR ligan 2-metil-4,5difenil-1H-Imidazol

Tabel 4.4 Data karbon  $^{13}\text{C}$ -NMR Hasil Sintesis

Karbon	Struktur senyawa	$^{13}\text{C}$ -NMR $\delta(\text{ppm})$
C2	C=N imidazol	144,08
C3	C=C imidazol	125,93
C4	=C-C benzilimidazol	126,13
C5, C7, C9	C=C fenil	135,68
C6, C8, C10	=C-C fenil	128,65
C11	C-C metilimidazol	13,79

#### 4.2 Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Nikel(II) dengan Ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-Imidazol (1)

Sintesis senyawa kompleks nikel(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol (**1**) dilakukan dengan mencampurkan logam dan ligan perbandingan mol 1:3 (Soayed dkk., 2013). Preparasi sintesis logam  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,0450 gram (0,2 mmol) dan 0,1413 gram (0,6 mmol) ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol dilarutkan dalam 25 etanol. Etanol dapat melarutkan dengan sempurna dan mudah menguap dibandingkan dengan air maka akan memudahkan dalam mendapatkan kristal kompleks  $\text{Ni(II)}$  dengan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol.

Sintesis kompleks dilakukan selama 5 jam dengan suhu  $78^\circ\text{C}$ . Larutan ditambahkan  $\text{NaOH}$  hingga mencapai pH 8. Pengadukan *magnetik stirrer* dilakukan agar campuran homogen dan mempercepat berlangsungnya reaksi. Larutan kompleks hasil refluks dituangkan di gelas beker ditutup dengan plastik *warp* dan *aluminium foil* rapat. Larutan didiamkan dalam desikator vakum sampai terbentuk kristal. Padatan kristal ditimbang dan dihitung rendemen 42,26 %. Perhitungan dapat dilihat pada Lampiran C. Hasil kristal kompleks dapat dilihat pada Gambar 4.11.



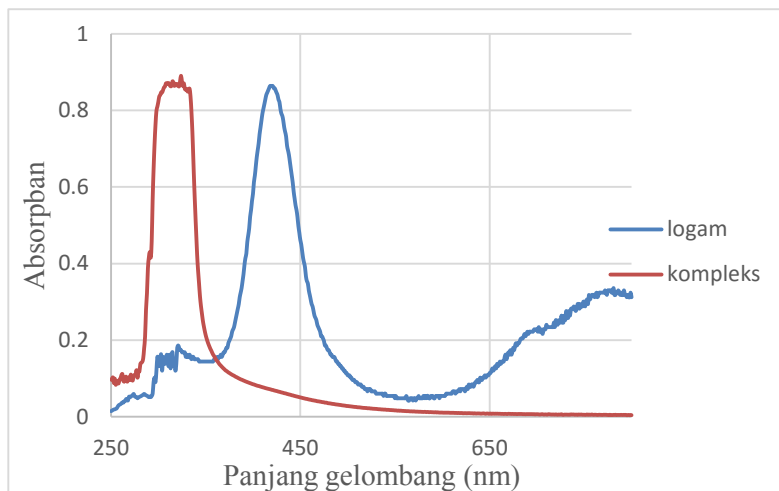
Gambar 4.11 Kompleks Ni(II) dengan Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-*1H*-imidazol

### 4.3 Analisis dan Karakteristik Kompleks

#### 4.3.1 Panjang Gelombang Kompleks Nikel(II) dengan Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-*1H*-Imidazol

Nilai dari panjang gelombang pada senyawa kompleks digunakan untuk mengetahui apakah sintesis kompleks yang dilakukan terbentuk atau tidak. Preparasi untuk menentukan panjang gelombang ditimbang dan dilarutkan logam  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  serta kompleks Ni(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol (**1**) dalam pelarut etanol dengan konsentrasi sama. Pengukuran panjang gelombang berkisar antara 200-800 nm.

Spektra Gambar 4.12 menunjukkan logam  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  memiliki nilai absorbansi maksimum terdapat pada panjang gelombang 424 nm. Untuk senyawa kompleks mempunyai absorbansi maksimum yang lebih rendah yaitu 325 nm, pada puncak tersebut menunjukkan adanya transisi  $\pi-\pi^*$  pada karbazol (Zheng dkk., 2016). Terjadinya pergerakan kimia pada spektrum panjang gelombang tersebut menunjukkan terbentuknya senyawa kompleks Ni(II) dengan 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol.



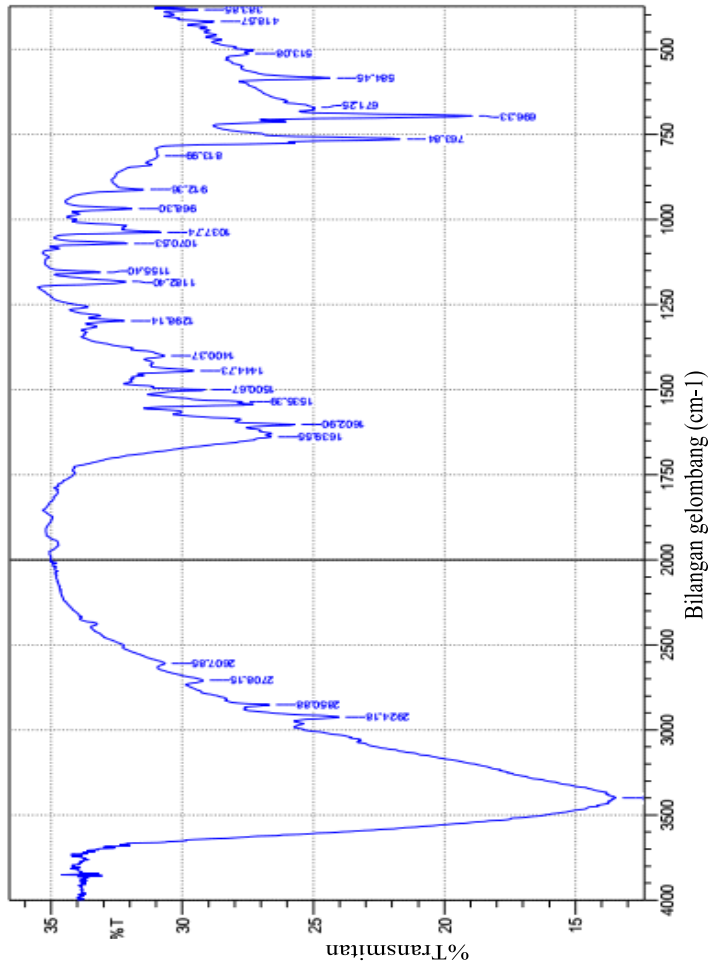
Gambar 4.12 Spektra UV-Vis Senyawa Kompleks Ni(II) dengan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol dan Logam Ni(II)

#### 4.3.2 Karakterisasi FT-IR kompleks Nikel(II)

Spektroskopi inframerah dapat menunjukkan gugus fungsi kompleks dan ikatan logam dengan ligan yang terjadi. Adanya daerah *finger print* dapat menunjukkan terbentuk apa tidaknya kompleks yang telah disintesis. Puncak *finger print* dalam ikatan logam dan ligan memiliki sinyal yang lemah terletak pada bilangan gelombang  $600\text{ cm}^{-1}$  (Tommasini dkk., 2016). Spektrum FT-IR pada Gambar 4.13 menunjukkan serapan O-H pada  $3398,69\text{ cm}^{-1}$ , serapan tersebut membuktikan adanya molekul air kristal. Hal ini diperkuat dengan penelitian sebelumnya bahwa kompleks  $\{[\text{Ni}(\text{H-Imidazol})(\text{H}_2\text{O})]_n\}$  menunjukkan serapan pada  $3423\text{ cm}^{-1}$  (Xu dkk., 2009). Gugus fungsi N-H sekunder dari imidazol bergeser karena mengalami penurunan gerakan vibrasi disebabkan logam Ni yang terikat pada N-H ligan. Pada daerah  $3448,48\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $3398,69\text{ cm}^{-1}$ . Vibrasi C=N tidak mengalami pergeseran berarti  $1639,55$



$\text{cm}^{-1}$  menunjukkan bahwa terdapat ikatan antara logam dan N pada gugus fungus ini. Serapan lain yang terdapat pada spektrum FT-IR juga menunjukkan adanya ikatan logam Ni dan N pada  $418,57 \text{ cm}^{-1}$  dan ikatan logam Nidan N  $418,57 \text{ cm}^{-1}$  dan ikatan logam Ni dengan Cl yang pada serapan  $383,65 \text{ cm}^{-1}$ .



Gambar 4.13 Spektra FT-IR kompleks Ni(II) dengan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol

#### 4.3.3 Penentuan Unsur C, H dan N dalam Kompleks

Analisis unsur ini digunakan untuk menentukan komposisi relatif pada atom karbon, hidrogen dan nitrogen pada senyawa kompleks. Masing-masing unsur yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan kalkulasi teoritis rumus molekul yang paling sesuai, dapat dilihat pada Tabel 4.5. Hasil data analisis unsur dan kalkulasi teoritis rumus molekul yang sesuai adalah  $[\text{Ni(II)(L)}_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

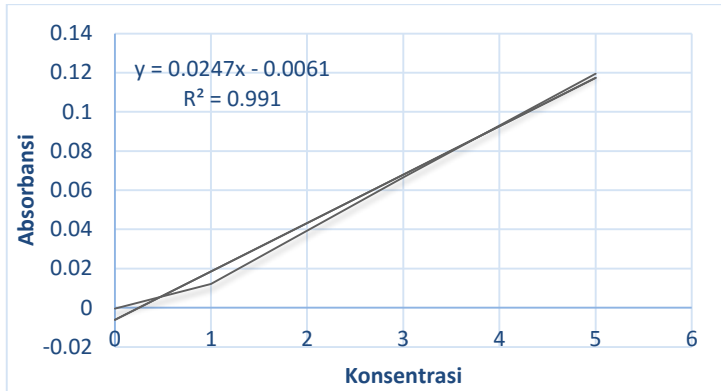
Tabel 4.5 Data Analisis Unsur C, H dan N dalam Kompleks Ni(II)

Rumus molekul	% C	% H	% N
Ekperimen	19,76	6,33	2,95
$[\text{Ni(II)(L)}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Cl}_2$	28,50	3,87	4,15
$[\text{Ni(II)(L)}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	27,76	6,07	4,04
$[\text{Ni(II)(L)}_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	19,20	6,60	2,80
$[\text{Ni(II)(L)}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	24,56	6,65	3,58
$[\text{Ni(II)(L)}_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	21,10	6,15	4,04

L = 2-metil-4,5difenil-1H-imidazol

#### 4.3.4 Analisis Kadar Ion Nikel(II) dalam Kompleks dengan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS)

Analisis untuk kandungan logam Ni pada kompleks dilakukan dengan spektroskopi serapan atom, sebelum analisis maka dibuat larutan standar Ni untuk mengetahui nilai dari absorbansi kompleks. Hasil analisis spektroskopi serapan atom dapat dilihat pada Gambar 4.14 dengan absorbansi 0,0316. Selanjutnya dari kurva kalibrasi yang diperoleh akan dilakukan perhitungan kadar pada logam Ni yang terkandung dalam kompleks Lampiran E.



Gambar 4.14 Kurva kalibrasi larutan standar kompleks nikel(II) dengan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol

Pada Tabel 4.6 dibawah dapat menunjukkan bahwa komposisi logam dari data eksperimen yang paling sesuai dengan rumus molekul kompleks  $[\text{Ni(II)(L)}_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan kadar nikel(II) 6,12 %.

Tabel 4.6 Data AAS Logam Ni(II) dalam Kompleks Secara Teoritis

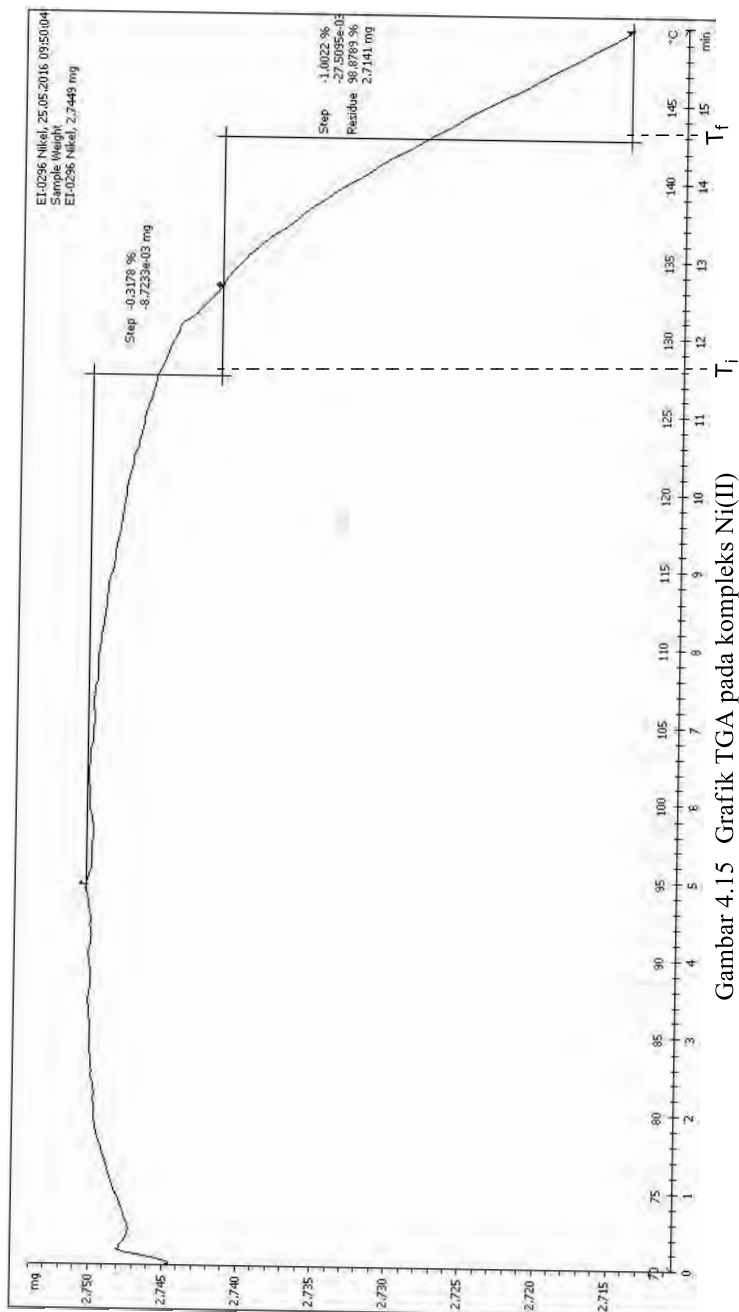
Rumus molekul	% C	% H	% N	% Ni
Ekperimen	19,76	6,33	2,95	6,12
$[\text{Ni(II)(L)}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Cl}_2$	28,50	3,87	4,15	8,71
$[\text{Ni(II)(L)}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	27,76	6,07	4,04	8,48
$[\text{Ni(II)(L)}_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	19,20	6,60	2,80	5,87
$[\text{Ni(II)(L)}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	24,56	6,65	3,58	7,51
$[\text{Ni(II)(L)}_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	21,10	6,15	4,04	8,48

L= 2-metil-4,5difenil-1H-imidazol.

#### 4.3.5 Analisis Termogravimetri

Analisis termogravimetri digunakan untuk memperkuat prediksi rumus molekul kompleks Ni(II) dengan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol. Preparasi ditimbang kompleks sebanyak 2,75 mg dengan menggunakan rentan suhu pada 20-500 °C. Hasil TGA yang ada pada Gambar 4.13 menunjukkan dekomposisi massa senyawa kompleks berhenti pada suhu 150 °C dan di atas suhu itu sudah tidak terjadi perubahan massa.

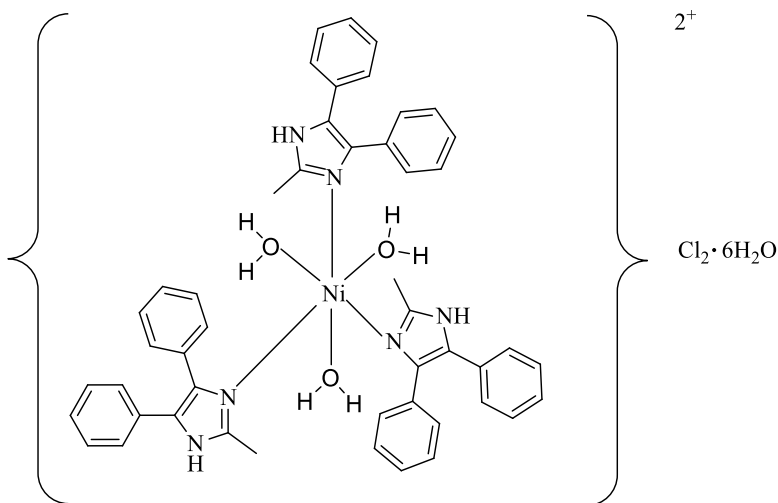
Grafik TGA yang ditunjukkan pada Gambar 4.15 mengalami 2 tahap dekomposisi. Tahap pertama mengalami pengurangan massa sebesar 0,31% pada suhu 94,79-131,07 °C. Selanjutnya pada tahap kedua pengurangan massa sebesar 1,02% pada suhu 134,40-144,49 °C. Hal tersebut menunjukkan hilang air kristal atau air hidran pada kompleks. Seperti yang telah dilaporkan pada penelitian sebelumnya (Fasihizad dkk., 2016) bahwa kompleks logam mengalami pelepasan molekul air koordinasi pada suhu 156-163 °C dengan pengurangan masa 4 %. Residu diperkirakan adalah nikel oksida yang terdekomposisi pada suhu yang sangat tinggi. Kurva TGA dengan menunjukkan hilangnya air kristal dibawah suhu 200 °C maka prediksi rumus molekul  $[\text{Ni(II)(L)}_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .



Gambar 4.15 Grafik TGA pada kompleks Ni(II)

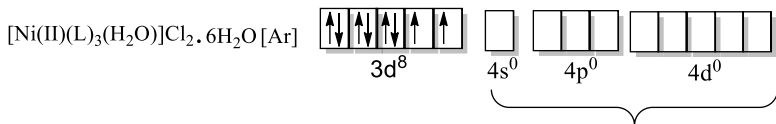
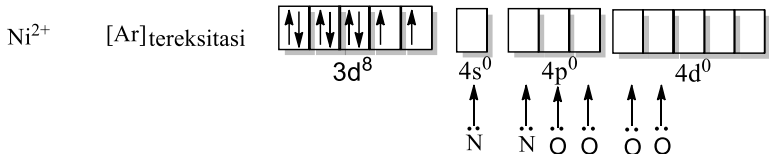
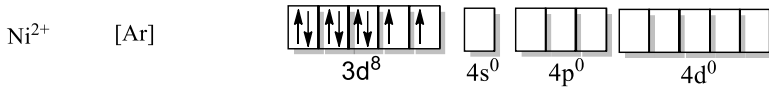
### 4.3.6 Prediksi Stuktur Kompleks

Analisis dan karakterisasi kompleks yang telah dilakukan seperti FT-IR, TGA dan AAS, senyawa kompleks dapat diprediksi memiliki struktur  $[\text{Ni}(\text{II})(\text{L})_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Struktur Senyawa ditunjukkan pada Gambar 4.16.



Gambar 4.16 Struktur Senyawa Kompleks Nikel

Jenis ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol termasuk ligan monodentat sehingga dapat menyumbangkan satu pasang elektron bebas pada ion logam ini nikel(II). Konfigurasi ion logam Ni(II) pada elektron valensinya  $3d^8 4s^0 4p^0$  yang berinteraksi dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol akan mengalami hibridisasi  $sp^3 d^2$ . Interaksi kompleks dimana ion logam nikel(II) atom pusatnya akan mengikat empat gugus hidroksil dan dua ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol mengalami koordinasi sehingga membentuk struktur kompleks *octahedral*. Hibridisasi molekul kompleks nikel(II) ditunjukkan pada Gambar 4.15.



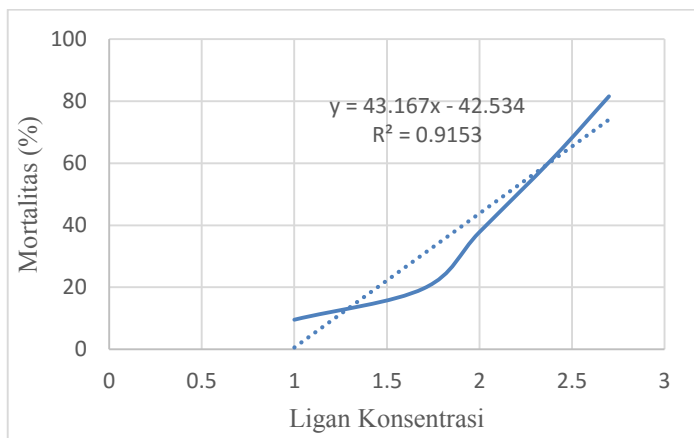
Didonasi 1 atom N, 4 atom O dari hidroksi,  
hibridisasi  $sp^2d^2 = \text{octahedral}$

Gambar 4.17 Hibridisasi Molekul Senyawa Kompleks Ni(II)

Ion pusat yaitu nikel(II) konfigurasi  $3d^8 4s^0$ , memiliki orbital kosong yang tidak berpasangan sehingga akan dipromosikan pada orbital 4s dan 4p sehingga orbital kosong ini akan terisi oleh ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol dan ligan  $\text{H}_2\text{O}$ . Hibridisasi kompleks nikel(II) dengan konfigurasi dan geometri *octahedral* mengacu pada penelitian Bulut (2009) dimana menggunakan ion inti logam nikel(II) seperti kompleks  $[\text{Ni}(\text{2A-4Mpy})(\text{dipicolinate})(\text{H}_2\text{O})_2]$ .

#### 4.3.7 Analisis Toksisitas *Brine Shrimp Lethality Test* Senyawa Kompleks

Hasil uji BSLT pada senyawa uji dapat dilihat pada Lampiran L. Data dalam tabel yang didapat dibuat kurva antara log konsentrasi sebagai sumbu x dan mortalitas sebagai sumbu y. Kurva hasil BLST senyawa kompleks dapat dilihat pada Gambar 4.16.

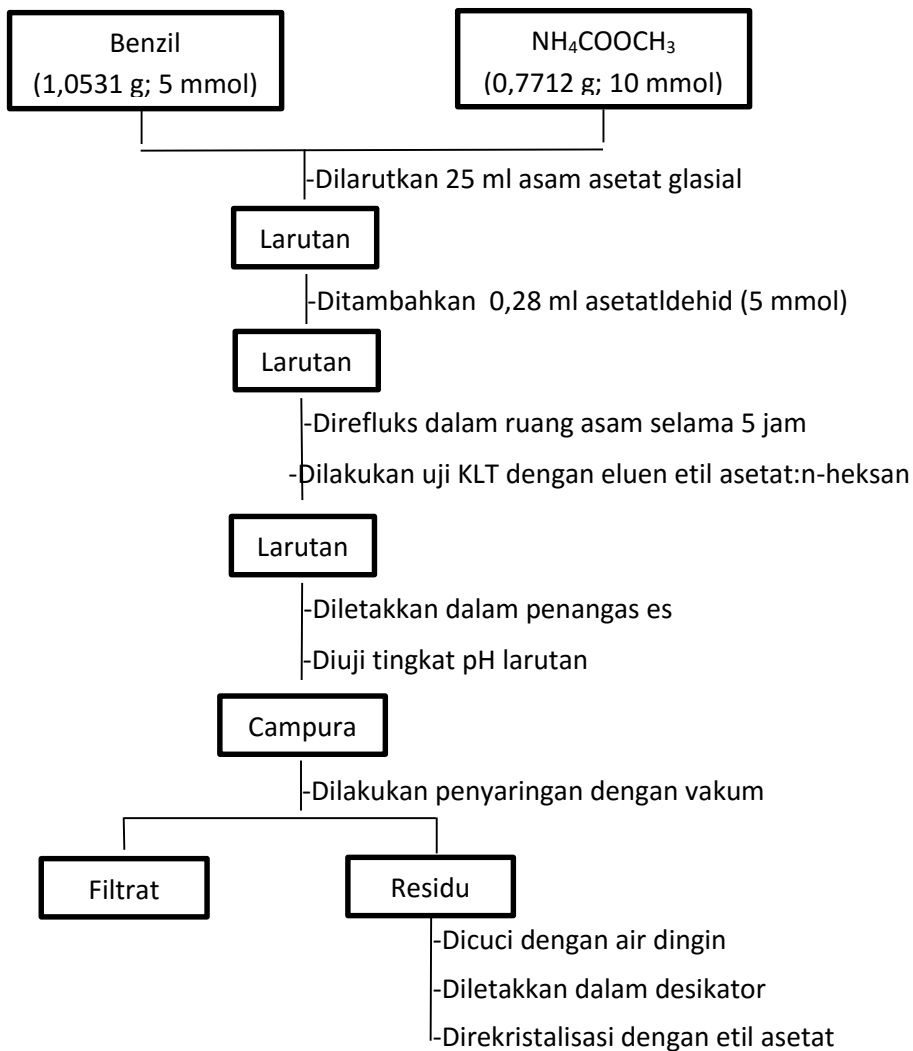


Gambar 4.18 Kurva BSLT antara log konsentrasi dengan % Mortalitas

Hasil diatas menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi pada senyawa akan mempengaruhi dari tingkat mortalitas. Dari data regresi yang diperoleh, didapatkan nilai  $LC_{50}$  senyawa kompleks sebesar 295,15 ppm. Nilai  $LC_{50}$  dikatakan memiliki sifat yang toksik jika  $LC_{50} < 200$  ppm. Senyawa kompleks  $[Ni(II)(L)_3(H_2O)_3]Cl_2 \cdot 6H_2O$  memiliki  $LC_{50}$  sebesar 295,15 ppm yang menunjukkan bahwa senyawa uji bersifat tidak toksik.



## LAMPIRAN A

Skema Kerja Sintesis Sentawa Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1H-  
Imidazol

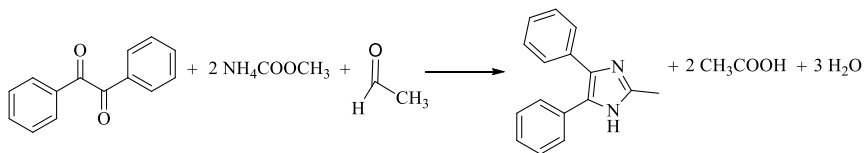
2-meti-4,5-difenil-1H-imidazol

-Dihitung rendemen dan dikarakterisasi

Dat

### LAMPIRAN B

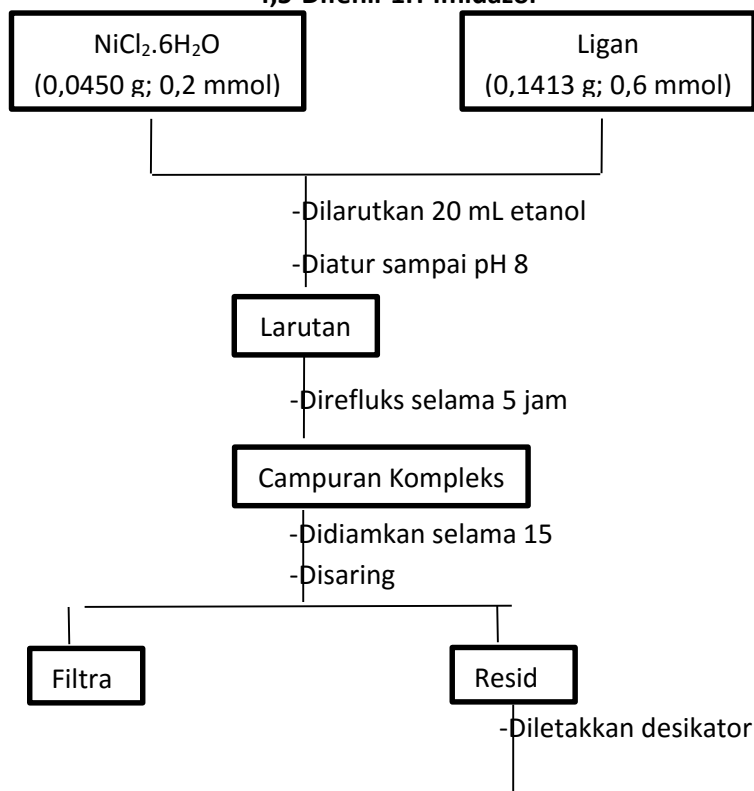
#### Perhitungan Rendemen Senyawa Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1H-Imidazol

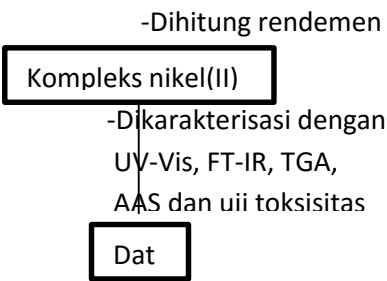


m	5 mmol	10 mmol	5 mmol	-	-	-
s	5 mmol	10 mmol	5 mmol	5 mmol	10 mmol	15
mmol						
r	-	-	-	5 mmol	10 mmol	15 mmol

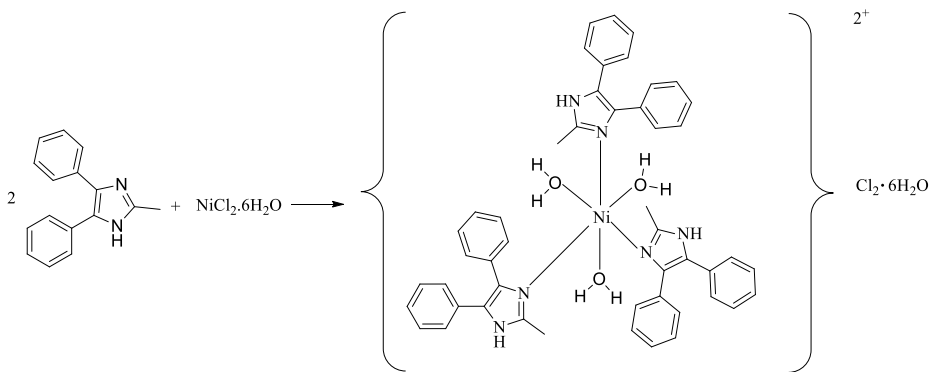
Massa teori	= mol ligan x Mr ligan
	= 0,005 mmol x 234,12 g/mol
	= 1,1706 g
Massa eksperimen	= 0,6364 g

Rendemen	$\frac{\text{massa eksperimen}}{\text{massa teori}}$
	$\frac{0,6364 \text{ g}}{1,1706 \text{ g}} \times 100 \%$
	= 54,36 %

**LAMPIRAN B****Skema Kerja Sintesis Kompleks Nikel(II) dengan Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1H-Imidazol**



**LAMPIRAN C**  
**Perhitungan Rendemen Senyawa Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1H-Imidazol**



m	0,6 mmol	0,2 mmol	-
r	0,6 mmol	0,2 mmol	0,2 mmol
s	-	-	0,2 mmol

$$\begin{aligned}
 \text{massa teori} &= \text{mol kompleks} \times \text{Mr ligan} \\
 &= 0,0002 \text{ mol} \times 991,61 \text{ g/mol} \\
 &= 0,1983 \text{ g} \\
 \text{massa eksperimen} &= 0,0838 \text{ g} \\
 \\
 \text{Rendemen} &= \frac{\text{massa eksperimen}}{\text{massa teori}} \\
 &= \frac{0,0838 \text{ g}}{0,1983 \text{ g}} \times 100 \% \\
 &= 42,26 \%
 \end{aligned}$$

#### LAMPIRAN D

##### Perhitungan Kadar Unsur Dalam Senyawa Kompleks Nikel(II) Secara Teoritis

- Hasil analisis penentuan C, H, N kompleks Ni(II)

Tabel eksperimen analisa unsur C, H, N.

%C	%H	%N
19,76	6,33	2,95

- Perhitungan teoritis unsur :

##### 1. $[\text{Ni(II)}-(\text{L})_2(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Cl}_2$

$$\%C = \frac{12 \times 32}{673,61} \times 100\% = 28,50\%$$

$$\%H = \frac{1 \times 26}{673,61} \times 100\% = 3,87\%$$

$$\%N = \frac{14 \times 2}{673,61} \times 100\% = 4,15\%$$

2.  $[\text{Ni(II)}-(\text{L})_2(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

$$\%C = \frac{12 \times 16}{691,61} \times 100\% = 27,76\%$$

$$\%H = \frac{1 \times 28}{691,61} \times 100\% = 6,07\%$$

$$\%N = \frac{14 \times 2}{691,61} \times 100\% = 4,04\%$$

3.  $[\text{Ni(II)}-(\text{L})_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$$\%C = \frac{12 \times 16}{999,61} \times 100\% = 19,20\%$$

$$\%H = \frac{1 \times 71}{999,61} \times 100\% = 6,60\%$$

$$\%N = \frac{14 \times 2}{990,61} \times 100\% = 28,0\%$$

4.  $[\text{Ni(II)}-(\text{L})_2(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$$\%C = \frac{12 \times 16}{781,61} \times 100\% = 24,56\%$$

$$\%H = \frac{1 \times 94}{181,61} \times 100\% = 6,65\%$$

$$\%N = \frac{14 \times 2}{781,61} \times 100\% = 3,58\%$$

5.  $[\text{Ni(II)}-(\text{L})_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

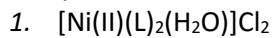
$$\%C = \frac{12 \times 16}{909,61} \times 100\% = 21,10\%$$

$$\%H = \frac{1 \times 80}{909,61} \times 100\% = 6,15\%$$

$$\%N = \frac{14 \times 2}{909,61} \times 100\% = 3,07\%$$

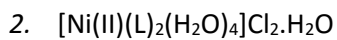
**LAMPIRAN E****Analisis Spektroskopi Serapan Atom**

A. Perhitungan % Ni prediksi rumus molekul dalam kompleks:



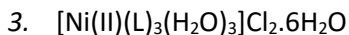
$$\text{Mr} = 673,61 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ Ni} = \frac{58,71}{673,61} \times 100 \% = 8,71\%$$



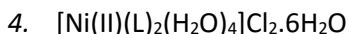
$$\text{Mr} = 691,61 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ Ni} = \frac{58,71}{691,61} \times 100 \% = 8,48\%$$



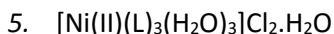
$$\text{Mr} = 999,61 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ Ni} = \frac{58,71}{999,61} \times 100 \% = 5,87\%$$



$$\text{Mr} = 781,61 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ Ni} = \frac{58,71}{781,61} \times 100 \% = 7,51\%$$



$$\text{Mr} = 909,61 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ Ni} = \frac{58,71}{909,61} \times 100 \% = 8,48\%$$

B. Pembuatan larutan logam:

a. Konsentrasi larutan logam = 100 ppm = 100 mg/L  
 $= 100 \text{ mg} / 1000 \text{ mL}$   
 $10 \text{ mg} / 100 \text{ mL} = 0,01 \text{ gram logam} / 100 \text{ mL}$

b.  $\text{Massa logam} = \frac{\text{Mr NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Ni}} \times \text{massa Ni}$

$$= \frac{237,69 \text{ g/mol}}{58,69 \text{ g/mol}} \times 0,01 \text{ gram}$$

$$= 0,045 \text{ gram}$$

C. Pengenceran larutan standar konsentrasi 100 ppm menjadi 50, 10, 5, 3 dan 1 ppm.

a. Konsentrasi 50 ppm :  $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$   
 $100 \text{ ppm} \times V_1 = 50 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$



$$V_1 = 25 \text{ mL}$$

b. Konsentrasi 10 ppm :  $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$   
 $50 \text{ ppm} \times V_1 = 10 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

c. Konsentrasi 5 ppm :  $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$   
 $50 \text{ ppm} \times V_1 = 5 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

d. Konsentrasi 3 ppm :  $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$   
 $50 \text{ ppm} \times V_1 = 3 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$

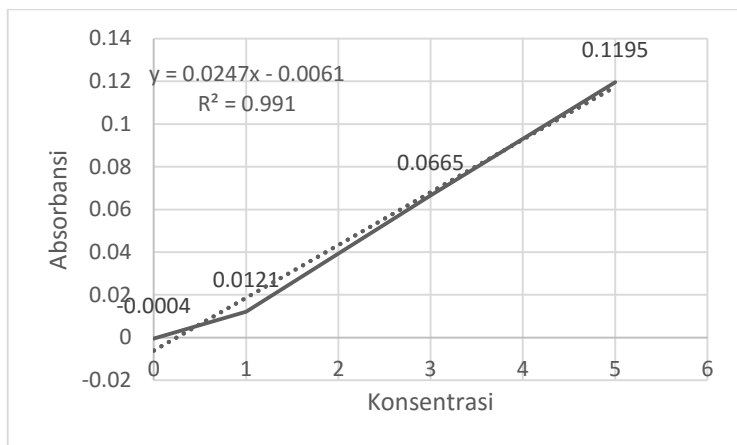
$$V_1 = 3 \text{ mL}$$

e. Konsentrasi 1 ppm :  $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$   
 $50 \text{ ppm} \times V_1 = 1 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Tabel absorpsi Nikel(II) dalam larutan standar

Konsentrasi (ppm)	Absorpbansi
0	-0,0004
1	0,0121
3	0,0665
5	0,1195



Gambar Kurva kalibrasi larutan standar Nikel

#### Pembuatan larutan kompleks untuk sampel

- a. Konsentrasi larutan sampel = 100 ppm = 100 mg/L  
 = 100 mg/1000 mL  
 = 10 mg/100 mL  
 = 5 mg cuplikan/ 50 mL

Massa cuplikan ditimbang sebesar 0,005, ditambahkan pelarut etanol dan 1 mL  $\text{HNO}_3$  dan dilarutkan dalam labu ukur 50 mL sampe batas.

- b. Pengenceran larutan kompleks konsentrasi 100 ppm menjadi 10 ppm

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi 10 ppm : } M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 100 \text{ ppm} \times V_1 &= 10 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL} \\ V_1 &= 5 \text{ mL} \end{aligned}$$

Diambil larutan cuplikan 100 ppm sebanyak 5 mL dimasukkan dalam labu ukur 50 mL ditambahkan 1 mL ditambahkan  $\text{HNO}_3$  dan ditambahkan aquades sampai tanda batas.

Tabel. Data absorpbansi Ni dalam kompleks

Cuplikan	Konsentrasi (ppm)	Absorpbansi
1	1,7176	0,0316

Persamaan regresi linier :

$$y = ax + b$$

$$y = 0,0247x - 0,0061$$

$$R^2 = 0,991$$

Cuplikan 1

a. Konsentrasi untuk cuplikan 1 :

$$y = 0,0247x - 0,0061$$

$$0,0316 = 0,0247x - 0,0061$$

$$x = \frac{0,0377}{0,0247}$$

$$= 1,5263 \text{ ppm}$$

b. Kadar persentase Nikel dalam cuplikan 1

$$\text{mg kompleks I} = \frac{10 \text{ mg/L} \times 292,69 \text{ g/mol} \times 0,1 \text{ L}}{58,69 \text{ g/mol}}$$

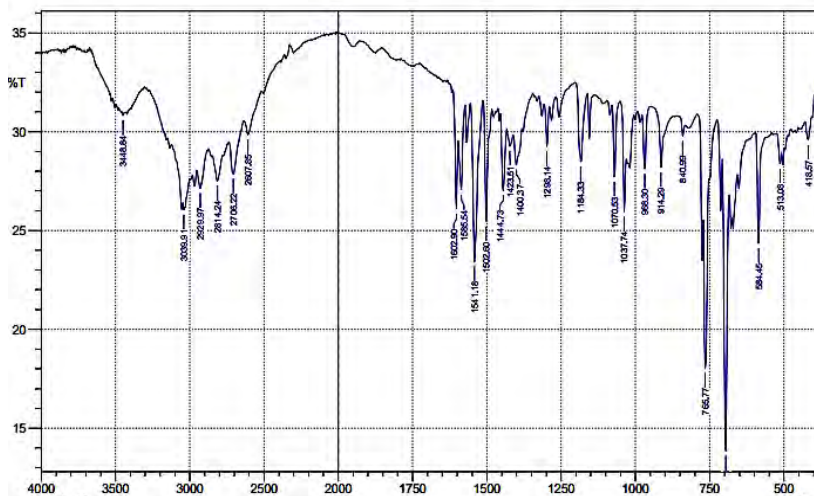
$$= 0,0498 \text{ g}$$

$$\% \text{ Ni} = \frac{1,5263 \times 0,2}{4,9870} \times 100 \%$$

$$= 6,12 \%$$

## LAMPIRAN G SPEKTRUM FTIR

### Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1H-Imidazol dan Kompleks Nikel(II)



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.57	29.571	1.046	430.14	406.99	12.071	0.173
2	513.08	28.363	0.81	526.58	509.22	9.283	0.061
3	584.45	24.343	5.542	596.02	559.38	20.094	0.845
4	696.33	13.856	13.393	705.97	684.75	14.829	2.821
5	765.77	18.043	8.143	771.55	754.19	11.617	1.631
6	840.99	29.785	0.674	860.28	833.28	13.946	0.043
7	914.29	28.186	2.879	945.15	871.85	37.966	0.711
8	968.3	28.118	2.878	977.94	950.94	14.11	0.396
9	1037.74	25.955	3.624	1053.17	1030.02	12.383	0.29
10	1070.53	27.721	3.696	1080.17	1053.17	14.032	0.462
11	1184.33	28.479	3.75	1203.62	1161.19	21.781	0.899
12	1298.14	29.252	2.068	1307.78	1290.42	8.96	0.209
13	1400.37	28.336	1.619	1411.94	1381.08	16.531	0.393
14	1423.51	29.257	0.729	1433.16	1411.94	11.226	0.123
15	1444.73	27.028	3.529	1454.38	1433.16	11.511	0.574
16	1502.6	25.444	5.981	1514.17	1483.31	16.502	0.964
17	1541.18	23.433	8.058	1554.68	1514.17	22.403	2.09
18	1585.54	27.054	3.403	1597.11	1573.97	12.468	0.513
19	1602.9	26.091	4.331	1614.47	1597.11	9.31	0.437
20	2607.85	29.864	1.032	2636.78	2513.33	63.016	0.718
21	2706.22	27.861	1.94	2735.15	2636.78	52.728	1.31
22	2814.24	27.51	1.278	2847.03	2775.66	39.273	0.679
23	2929.97	27.134	1.242	2953.12	2883.68	38.485	0.67
24	3039.91	26.05	0.202	3047.63	3036.06	6.736	0.021
25	3448.84	30.819	0.153	3452.7	3443.05	4.921	0.011

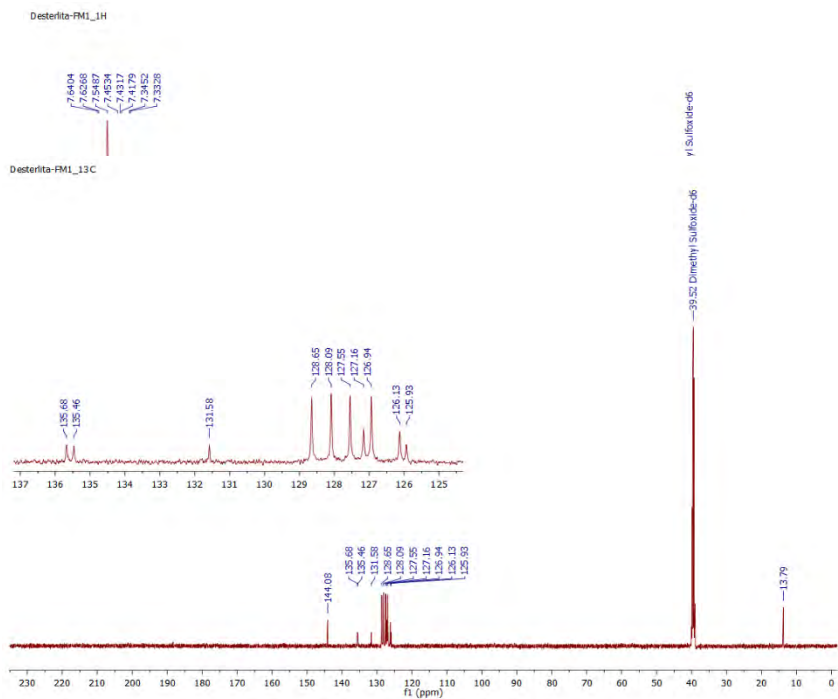
## LAMPIRAN H

### SPEKTRUM FTIR KOMPLEKS

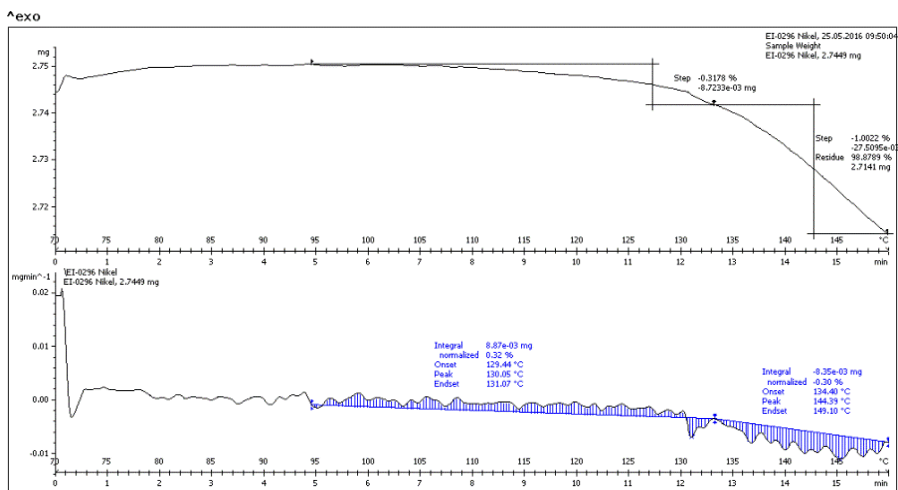
## SPEKTRA H<sup>1</sup> NMR 2-METIL-4,5DIFENIL-1H-IMIDAZOL

### LAMPIRAN J

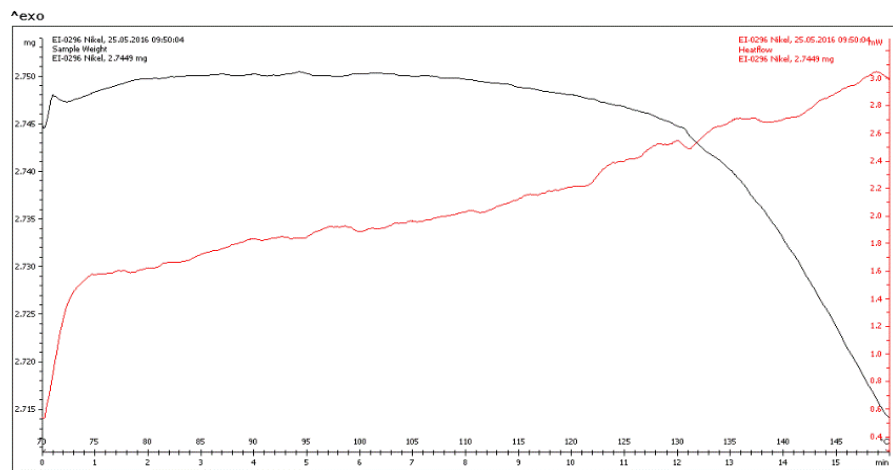
#### SPENTRA <sup>1</sup>H NMR dan <sup>13</sup>C NMR LIGAN 2-METIL-4,5-DIFENIL-1H-IMIDAZOL



## LAMPIRAN K HASIL THERMAL TGA / DTA



STAR® SW 10.00



STAR® SW 10.00

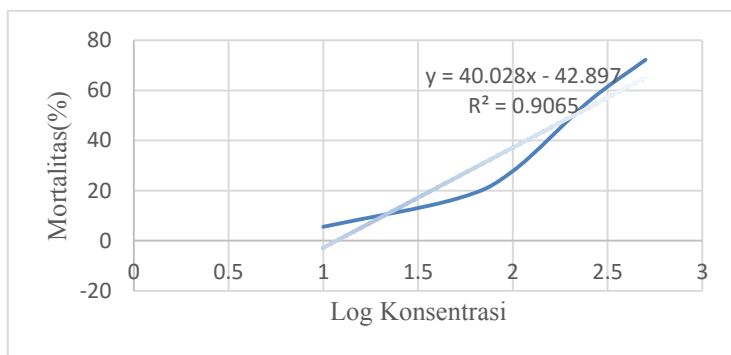
## LAMPIRAN L

## Analisis Uji Toksisitas BSLT

Tabel Hasil uji toksisitas ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol

Konsentrasi (ppm)	Log Konsentrasi	Larva Udang Mati	Larva Udang Hidup	Mortalitas (%)
500	2,7	13	5	72,22
250	2,4	10	8	55,56
100	2	5	13	27,78
50	1,7	3	15	16,67
10	1	1	17	5,56

Dari tabel diatas selanjutnya dibuat kurva grafik antara mortalitas (%) dengan log kensentrasi larva udang.



Gambar 1 Grafik uji toksisitas BSLT ligan 2-metil-4,5- difenil-1H-imidazol

Perhitungan  $LC_{50}$  untuk ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol

$$y = 40,028x - 42,897$$

$$50 = 40,028x - 42,897$$

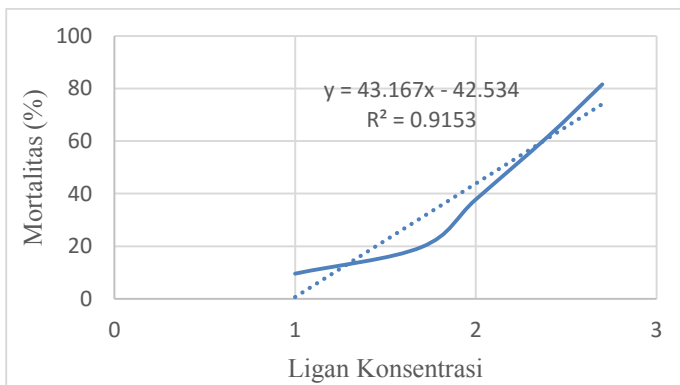


$$\begin{aligned}
 92,897 &= 40,0287x \\
 x &= 2,32 \\
 \text{anti log } x &= 208,80 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

Tabel Uji Toksisitas Kompleks Ni(II) dengan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol

Konsentrasi (ppm)	Log Konsentrasi	Larva Udang Mati	Larva Udang Hidup	Mortalitas (%)
500	2,7	6	10	81,57
250	2,4	5	13	61,78
100	2	4	14	37,78
50	1,7	2	16	19,67
10	1	1	17	9,56

Dari tabel diatas selanjutnya dibuat kurva grafik antara mortalitas (%) dengan log konsentrasi larva udang.



Gambar 2 Grafik uji toksisitas BSLT kompleks nikel(II) dengan

ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol

Perhitungan  $LC_{50}$  untuk kompleks

$$y = 43,167x - 42,534$$

$$50 = 43,167x - 42,534$$

$$92,534 = 37,383x$$

$$x = 2,47$$

$$\text{anti log } x = 295,12 \text{ ppm}$$

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 KESIMPULAN**

Senyawa ligan 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol telah berhasil disintesis dengan metode refluks. Kompleks disintesis dari ion logam nikel(II) dan ligan 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol dengan perbandingan logam dan ligan 1:3. Rendemen kristal kompleks hasil sintesis diperoleh sebesar 42,26 %. Berdasarkan data karakterisasi dan analisis seperti spektroskopi serapan atom, analisis unsur CHN dan analisis termal, rumus molekul dengan senyawa kompleks adalah  $[\text{Ni(II)-(2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol)}_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

#### **5.2 SARAN**

Untuk memperoleh hasil analisis dan karakterisasi yang lebih akurat, perlu dilakukan karakterisasi lebih lanjut dengan difraksi sinar-X kristal tunggal agar dapat diketahui struktur senyawa kompleks.

## DAFTAR PUSTAKA

- Ahsan, Iftikhar., Sharma, K. K., Sharma, Arun., Khan, Suroor Ahmed., dan Khan, Uzma. 2014. *Design and synthesis of some imidazole derivatives containing 2-(4-chlorophenyl)-4,5-diphenyl imidazole moiety as anti-inflammatory and antimicrobial agents*. Der Pharma Chemica, 320-325.
- An, Yan., Li, Xiao. Feng., Zhang, Yu. Liang., Yin, Yan. Sheng., Sun, Jing. Jia., Tong, Shi. Fang., Yang, Hong., Yang, Shi. Ping. 2013. *Structure regulation of Nickel(II) complexes with imidazole-tripodal ligand by altering the counter anion and reaction conditions*. Inorganic Chemistry Communications. 139-142.
- Bulut, Iclal., Ucar, Ibrahim., Kazak, Canan. 2009. *Spectroscopic and structural study of Ni(II) dipicolinate complex with 2-amino-4-methylpyrimidine*. Turkey Journal Chemistry. 1-8.
- Chohan, Z. H. 2000. *Symmetrical 1,1'-dimethylferrocene derived Amino acid: their synthesis, characterization, ligational and biological properties with Cu(II), Co(II) and Ni(II) ions*. Metal Based Drugs. 177-183.
- Efendy. 2007. *Prespektif baru kimia koordinasi*. Malang. Penerbit Bayumedia Publishing.
- Fasihizad, Ahad., Akbari, Alireza., Ahmadi, Mehdi., Dusek, Michal., Henriques, Margarida. S., Pojarova, Michaela. 2016. *Copper(II) and molybdenum(VI) complexes of tridentate ONN donor isothiosemicarbazone: Synthesis, characterization, X-ray, TGA and DFT*. Polyhedron.

- Gańczyńska, Katarzyna., Kurdziel, Krystyna., Białek, Wioletta. Adamus., Wąsik, Sławomir., Szary, Karol., Drabik, Marcin., Ciuk, Aneta. Węgierek., Lankoff, Anna., Arabski, Michał. 2015. *The effects of nickel(II) complexes with imidazole derivatives on pyocyanin and pyoverdine production by pseudomonas aeruginosa strains isolated from cystic fibrosis*. Acta ABP Biochimica Polonica. 739-745.
- Gupta, Poonam., Gupta, Jitendra. K. 2015. *Synthesis of bioactive imidazole: A review*. Chemical Sciences Jurnal. 2150-3494.
- Hachula, Barbara., Nowak, Maria., Kusz, Joachim. 2010. *Crystal and molecular structure analysis of 2-methylimidazole*. J Chem Crystallogr. 201-206.
- Harris, N. V., Smith, C., Ashton, M. J., Bridge, A. W., Bush, R. C., Coffe, E. C. J., Dron, D. I., Harper, M. F., Lythgoe, D. J., Newton, C. G., Riddell, D. 1992. *Acyl-CoA:cholesterol O-acyl transferase (ACAT) inhibitors 2-(alkylthio)-4,5-diphenyl-1H-imidazole are potent inhibitors of ACAT*. Journal Medicinal Chemistry. 4384-4392.
- Heren, Zerrin., Keser, Cem., Ersanli, C. Cuneyt., Yesilel, O. Zafer., dan Buyukgungor, Orhan. 2006. *Synthesis, spectral and thermal studies, and crystal structure of cis-Bis(imidazole)bis(picolinato)copper(II) dehydrate [Cu(pic)<sub>2</sub>(im)<sub>2</sub>] $\cdot$ 2H<sub>2</sub>O*. Verlag der Zeitschrift fur Naturforschung. 900-1072.

- Stibrany, Robert. T., Schugar, Harvey. J., dan Potenza, Joseph. A. 2004. *A second polymorph of 4,5-diphenyl-1H-imidazole*. Acta Crystallographica Section E. 1182-1184.
- Jain, Abhishek. K., Revichandran, V., Sisodiya, Madhvi., Agrwa, R. K. 2010. *Synthesis and antibacterial evaluation of 2-substituted-4,5-diphenyl-N-alkyl imidazole derivatives*. Asian Pacific Journal of Tropical Medicine. 471-474.
- Kadavakollu, S., Stailey, C., Kunapareddy C. S., dan White, S. 2014. *Clotrimazole as a cancer drug: a short review*. Medicinal Chemistry. 2161-4172.
- Khalid, M. H., Tokunaga, Y., Caputy, A. J., Walters, E. 2005. *Inhibitor of tumor growth and prolonged survival of rat with intercranial gliomas following administration of clotrimozel*. J Neurosurg. 79-86.
- Khopkar, S. M. 2003. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta. Penerbit Universitas Indonesia.
- Lee, J. D. 1994. *Concise Inorganic Chemistry*. Fourth edition. Chapman and Hall. London.
- Leung, Chung. Hang., Liu, Leung. Li., Leung, Ka. Ho. 2016. *Epigenetic modulation by inorganic metal complexes*. Coordination Chemistry Review.
- Narasimhan, B., Deepika, S., Kumar, P. 2011. *Biological the Importance of imidazole nucleus in the new millennium*. Med Chem Reserch. 1119-1140.

- Naik, A. D., S. M. Annigeri, U. B. Gangadharmath, V.K. Revankar dan V. B. Mahale. 2002. *The stereochemical Diversity of new SNONS binucleating ligand towards 3d metal ion*. Acta A Molar Bioloekul Spectroscopy. 1713-1719.
- Okewole, Adeleye. I., Magwa, Nomampondo. P., dan Tshentu, Zenixole. R. 2012. *The separation of nickel(II) from base metal ions using 1-octyl-2-(2'-pyridyl)imidazole as extractant in highly acidic sulfate medium*. Hydrometallurgy. 81-89.
- Oro, R., Hryha, E., Gilardi, R., Alzati, L., Nyborg, L. 2016. *Optimizing the synthesis of ultrafine tungsten carbide powders by effective combinations of carbon sources and atmospheres*. Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials.
- Pire, Myriam., Lorchioir, Cedric., Oikonomu, Evdokio. K., Norvez, Sophie., Iliopoulos, Ilias., Rossignol, Benoit. Le., and Leibler, Ludwik. 2012. *Imidazole-accelarated crosslinking of epoxidized natural rubber by dicarboxylic acids: a mechanistic investigation using NMR spectroscopy*. Polymer Chemistry. 946-953.
- Popova, T. P., Alesandrova, R. I., Tudose, R. Mosoarca, E. M., Dan Costisor, O. 2012. Bulgarian Journal of Agricultural Science.
- Reynolds, Mark. F., dan Burstynm Judith. N. 2000. *Mechanism*

- of activation of soluble guanylyl cyclase by NO: Allosteric regulation through changes in heme coordination geometry.* Biology and Pathobiology. 381-399.
- Ramasamy, R. 2015. *Vibrational spectroscopic studies of Imidazole.* Armenian Journal of Physics. 51-55.
- Roztocki, Kornel., Matoga, Dariusz., Nitek, Wojciech. 2016. *Cobalt(II) compounds with acetone isonicotinoyl hydrazine tautomers: Syntheses and crystal structures of complexes with free donor atoms.* Inorganica Chimica Acta. 86-92.
- Sukardjo. 1992. *Kimia Anorganik.* Yogyakarta. Penerbit Bina Aksara.
- Shalini, Kumariri., Sharma, Pramod Kumar., Kumar, Nitin. 2010. *Imidazole and its biological activities: A Review.* Der Pharma Chemica, 36-47.
- Soayed, Amina. A., Refaar, Heba. M., Din, Doaa. A. Noor. El., 2013. *Metal complexes of moxifloxacin-imidazole mixed ligands: Characterization and biological studies.* Inorganica Chimica Acta. 230-240.
- Tallon, Theresa. M. 2010. *Synthesis of imidazole schiff base ligands, their silver(I) complexes and their activities against candida albicans.* Nuo Mayanooth.
- Xu, Jing., Bai, Zheng. Shuai., Okamura, Taka. Aki., Chen, Man. Sheng., Sun, Wei. Yin., Ueyama, Norikazu. 2009. *New metal-organic architectures of cobalt(II), nickel(II)*



*and zinc(II) with tripodal ligand 5-(1H-imidazol-4-ylmethyl) aminoisophthalic acid. Polyhedron. 2480-2486.*

Zheng, Chuang. Guo., Cai, Bin. Zhi., Pan, Yu. Lu., Bai, Li., Zhou, Yan. Tao., Li, Sheng. Li., Tian, Yu. Peng. 2016. *Synthesis and two-photon absorption propertis of novel 2-subtituted-4,5-diphenyl-1H-imidazoles. Tetrahedron.*

## BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap Ahmad Rizqi Alima Fabri, dilahirkan di Kediri, 14 Februari 1993, merupakan anak pertama dari tiga bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Al-Huda Kediri (1997), SDI Al-Huda (1999), SMPN 3 Kediri (2008), SMAN 7 Kediri (2011). Pada tahun 2011, penulis diterima di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya melalui jalur SMPTN Mandiri terdaftar dengan NRP 1411100123. Penulis mengambil bidang Kimia Bahan Alam dan Sintesis- Senyawa Kompleks dibawah bimbingan Dr. Fahimah Martak, M.Si selama menempuh pendidikan di ITS, penulis pernah aktif sebagai Wakil Ketua UKM Cinta Rebana ITS. Penulis pernah menempuh Kerja Praktik di BUMN PTPN X Pabrik Gula Djombang Baru Provinsi Jawa Timur tahun 2014. Penulis dapat dihubungi melalui [ahmad.rizqi11@mhs.chem.its.ac.id](mailto:ahmad.rizqi11@mhs.chem.its.ac.id) atau [pintarrizqi@gmail.com](mailto:pintarrizqi@gmail.com).

